(19)대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) 。Int. Cl.[7]
C09K 11/06

(11) 공개번호 10-2005-0007357
(43) 공개일자 2005년01월17일

(21) 출원번호 10-2004-7017529
(22) 출원일자 2004년10월30일
번역문 제출일자 2004년10월30일
(86) 국제출원번호 PCT/CN2003/000221
(87) 국제공개번호 WO 2003/093283
(86) 국제출원출원일자 2003년03월27일
(87) 국제공개일자 2003년11월13일

(30) 우선권주장 10/137,272 2002년05월01일 미국(US)

(71) 출원인 더 유니버시티 오브 홍콩
중국 홍콩 특별자치구 포크푸람 로드 엘리엇 홀 쥐18

(72) 발명자 체치밍
중국 홍콩 파크 로드 4 파크웨이 코트 블록 에이 플랫 5 5/에프.

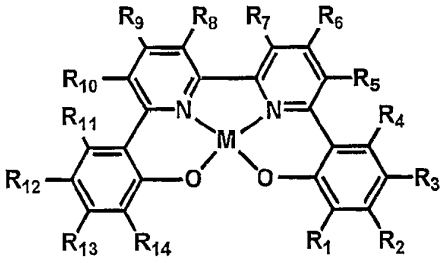
(74) 대리인 이영필

심사청구 : 없음

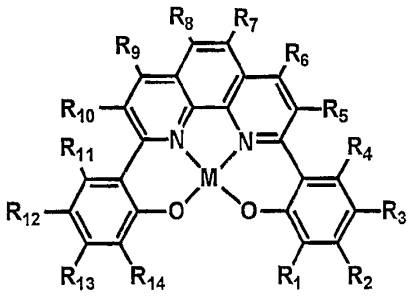
(54) 전계 발광 물질

요약

네자리주게 ONNO-타입 리간드 및 10족 금속원소로부터 유도된 고휘도, 열안정성 및 내습성을 갖는 발광 물질을 유기 발광 소자에서 발광 도펀트로서 사용하였다. 상기 도펀트는 하기 화학식 I 및 II의 분자 구조를 갖는다:



I



II

식중, M은 10족 금속(백금 포함)을 나타내고, R_1-R_{14}는 각각 독립적으로 수소; 할로겐원자; 치환 또는 비치환된 알킬기; 및 치환 또는 비치환된 아릴기로 이루어지는 군으로부터 선택되며, 상기 치환기는 할로겐 원자, 저급 알킬기 및, 알려진 공여체와 수용체 작용기로 이루어진 군으로부터 선택된다.

대표도

도 5

명세서

기술분야

본 발명은 발광 물질에 관한 것으로, 상기 발광 물질은 진공 증착법에 의해 증착되어 박막을 형성할 수 있으며, 유기 발광 소자(OLEDs)에서 효과적인 도펀트로서 사용될 수 있다.

배경기술

지난 이십년간에 걸친 발광 다이오드(LED)의 발전은 무기 발광 형태에만 집중되었고, 이는 유기 발광 소자(OLEDs)가 제조 및 패키지화가 곤란하고 수명이 짧기 때문이었다. 현재 갈륨 비소계 LED는 시장에서 구입이 가능하며, 일부 스펙트럼 영역에서 통상의 필터처리 형광 램프보다 개선된 효율을 갖는다. 그러나 표시소자용 발광 물질의 발전 과정에서, 무기 반도체 물질은 화면이 큰 표시소자에는 적합하지 않다는 문제가 있다.

뉴욕 대학의 Pope 등은 1960년대에 안트라센 물질을 기초로 한 유기 전계발광을 발표하였다(참조: *J. Chem. Phys.* **38** , 2042, (1963)). 코닥사의 C. W. Tang 등이 트리(8-히드록시퀴놀레이토)알루미늄(Alq_3)계 박막 소자를 개발한 이후(참조: *Appl. Phys. Lett.* **51** , 913, (1987)) 많은 발전이 이루어졌다. 이들은 새롭고 개선된 전계 발광 물질을 계속 발견하는데 많이 기여하였다. 작은 형광 분자에서 공액 폴리머까지 많은 OLEDs가 충분한 휘도, 현저한 효율, 우수한 작동 수명 및 바람직한 범위의 색상 발광을 나타냄이 입증되었다.

금속 착물을 포함하는 유기 발광 소자는 비정상적인 화학적 및 전기적 특성으로 인해 특별한 관심을 끌고 있다. 중금속을 함유하는 일부 화합물은 높은 내부 양자 효율로 인해 OLED용 소재로서 잠재적 가능성을 나타내고 있다. 일반적으로, 형광 물질은 발광 호스트 내에서 도펀트로서 사용된다. 싱글렛 엑시톤(이론상 최대 내부 양자 효율 = 25%)은 정공과 전자의 재결합 이후에 형성되어 패르스터(Forster) 메카니즘을 통한 쌍극자-쌍극자 상호작용을 거쳐 전계발광을 나타내게 된다(미국특허 6,310,360호). 이와 달리 중금속 착물의 경우, 강한 스핀-궤도 커플링이 싱글렛-트리플렛 상태 혼합을 일으켜 OLED에서 높은 효율의 전계 인광을 유발할 수 있게 된다(100%까지의 이론상 내부 양자 효율) (참조: *Nature* , **395** , 151, (1998)); *Synthetic Metals* , **93** , 245, (1998); *Appl. Phys. Lett.* **77** , 904, (2000)).

그러나 일부 인광 물질은 고유의 문제점을 갖고 있는 바, 예를 들어 트리플렛-트리플렛 쌍소멸 이외에 상당히 긴 수명으로 인한 발광 부위의 포화, 및 높은 도핑 수준에서 강한 분자내 상호작용으로 인한 농도 저하(quenching)를 들 수 있다(참조: *Phys. Rev. B.* **60** , 14422, (1999)).

예를 들어 네자리주게(quadridentate) 아조메틴-아연 착물은 유기 발광 소자에서 청색광 발광체로서 사용되어 왔으나, 단지 약 1000 cd/m^2 의 최대 발광을 나타 낸다(참조: Jpn. J. Appl. Phys., **32** , L511 (1993); 미국특허 5,432,014호).

아조메틴-알루미늄/갈륨 착물은 발광 물질로서 OLED에서 사용되어 왔다. 아조메틴-갈륨 착물을 포함하는 소자의 전류 밀도는 10V에서 $1mA/cm^2$ 이며, 전계 발광은 녹색을 띤 청색이다(참조: 미국특허 6,316,130호).

그러므로 충분히 높은 도핑 농도에서도 자체-소멸(self-quenching)을 거의 또는 전혀 유발하지 않으며, OLED에서 호스트 및 도펀트 사이의 효율적인 에너지 전달을 가능하게 할 수 있는 발광성 도펀트 물질을 개발할 필요가 있다.

발명의 상세한 설명

본 발명의 목적을 예시하면 다음과 같다:

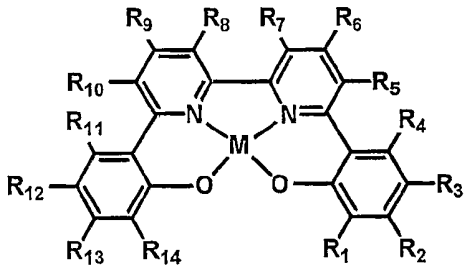
본 발명의 주요 목적은 신규한 발광 물질로 도핑된 유기 발광 소자(OLEDs)를 제조하는 것이다. 상기 소자는 낮은 시동(turn-on) 전압 및 높은 휘도와 효율을 나타낸다.

본 발명의 다른 목적은 기상 증착법에 의해 소정 두께의 박층으로서 증착될 수 있는 열적으로 안정하고, 내습성인 금속-킬레이트된 물질을 제공하는 것이다.

또한 본 발명은 발광 소자에서 낮은 농도 수준으로 사용될 수 있는 고휘도 도펀트의 설계와 관련된다.

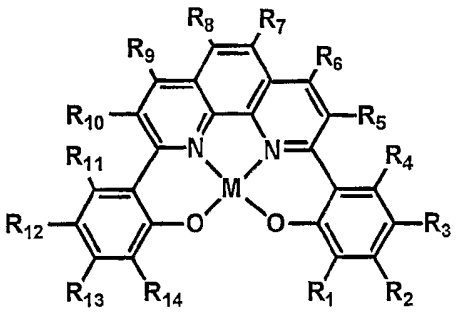
네자리주게 ONNO-타입 리간드, 및 10족 금속(백금 포함)으로부터 유도된 신규한 발광 물질은 하기 화학식 I 및 II에 기재한 바와 같이 제조할 수 있다:

<화학식 I>



I

<화학식 II>



II

식중,

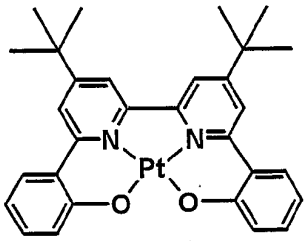
M은 10족 금속(백금 포함)을 나타내고,

R_1-R_{14}는 각각 독립적으로 수소; 할로겐원자; 치환 또는 비치환된 알킬기; 및 치환 또는 비치환된 아릴기로 이루어지는 군으로부터 선택되며,

상기 치환기는 할로겐 원자, 저급 알킬기 및, 알려진(recognized) 공여체와 수용체 작용기로 이루어진 군으로부터 선택된다.

본 발명에 따른 구현예로서, 애노드(ITO 유리 기판), 정공 수송층(NPB (α-나프틸페닐비페닐 아민)), 매트릭스 발광층[본 명세서의 화학식 I 및 II로 나타낸 도펀트를 다른 농도로 포함하는 호스트 물질(베릴륨 비스(2-(2'-히드록시페닐)피리딘) ($Bepp_2$))], 전하 수송층(불화리튬) 및 캐소드(알루미늄 금속)를 포함하는 전계발광 형성용 헤테로구조체를 구비하는 OLEDs를 예로 들 수 있으나 이에 한정되는 것은 아니다.

상기 본 명세서에 기재된 OLEDs에서 효과적인 도펀트로서 바람직한 구현예는 하기 구조를 갖는다:



본 발명은 전계 발광 소자에서 발광성 도펀트로서 사용가능한 신규한 물질을 제공한다. 본 발명은 이들 신규한 착물의 합성 방법 및 발광 물질로서 이들의 용도를 포함한다. 상기 본 발명에 따른 소자는 표시소자, 발광체, 신호등용 표시판, 액정표시소자용 광원 등의 분야에 적용될 수 있다.

도면의 간단한 설명

도 1은 CH_2Cl_2 내의 착물 1b 및 2b의 흡광 스펙트럼을 나타낸다.

도 2는 298K에서 박막 및 CH_2Cl_2 내의 착물 1b의 발광 스펙트럼을 나타낸다.

도 3은 298K에서 박막 및 CH_2Cl_2 내의 착물 2b의 발광 스펙트럼을 나타낸다.

도 4는 질소 및 공기 중의 착물 1b 및 2b의 TGA 열분해곡선을 나타낸다.

도 5는 본 발명에 따른 OLED의 구조도를 나타낸다.

도 6a는 착물 1b를 포함하는 소자 A(도핑 수준 0.3중량%)의 전계 발광 스펙트럼을 나타낸다.

도 6b는 착물 1b를 포함하는 소자 A의 전류밀도-전압-휘도 곡선을 나타낸다.

도 7a는 착물 1b를 포함하는 소자 B(도핑 수준 1.0중량%)의 전계 발광 스펙트럼을 나타낸다.

도 7b는 착물 1b를 포함하는 소자 B(도핑 수준 1.0중량%)의 전류밀도-전압-휘도 곡선을 나타낸다.

도 8은 착물 1b를 포함하는 소자 C(도핑 수준 2.0중량%)의 전계 발광 스펙트럼을 나타낸다.

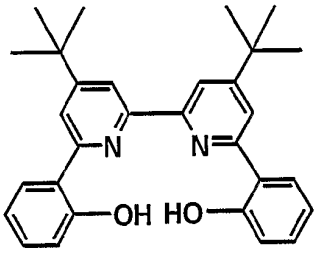
실시예

본 발명은 신규한 발광 물질의 합성방법, 분광 특성, 인광, 발광 성질, 및 OLED에서 이들의 용도에 관한 것이다. 하기 실시예는 본 발명의 이해를 돕기 위한 것으로 후술하는 청구범위에서 개시하는 본 발명의 범위를 제한하기 위한 것은 아니며, 그와 같이 해석되어서도 안 된다.

하기 실시예는 리간드 1a 및 2a, 그리고 백금 착물 1b 및 2b의 합성 방법을 기술한다. 네자리주게 ONNO-타입 리간드 1a 및 2a는 문헌에 소개된 방법(참조: *J. Chem. Soc., Perkin Trans.* **2** , 863, (1998))을 변형하여 제조하였다. ONNO-타입 리간드를 제조하는 다른 예는 문헌(미국특허 6,177,419호)에 기재되어 있다.

실시예 1

1a의 합성



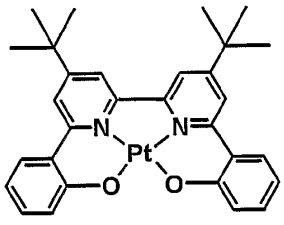
1a

브롬산(47%, 20mL)에 6,6'-비스(2-메톡시페닐)-4,4'-비스(tert-부틸)-2,2'-비피리딘(1g)을 가한 혼합물을 12시간 동안 리플럭스하였다. 이것을 실온까지 냉각하고, 실온에서 포화 Na_2CO_3 수용액으로 중화시켰다. 클로로포름으로 유기 성분을 추출하고 추출물을 탈이온수(50mL x 2)로 세척하고, 무수 Na_2SO_4으로 건조시킨 후, 용매를 제거하여 고형분 잔사를 얻었다. 메탄올/디클로로메탄 용액으로부터 재결정하여 1a의 결정성 생성물을 수득하였다. EI-MS(m/z): 452[M]$^+$. ^{1}H NMR ($CDCl_3$, δ, ppm):

14.45 (2H, s, OH), 8.16 (2H, d, J = 1.4 Hz, ArH), 7.97 (2H, d, J = 1.3 Hz, ArH), 7.90 (2H, dd, J = 8.0 Hz, J = 1.4 Hz, ArH), 7.34 (2H, td, J = 8.4 Hz, J = 1.5 Hz, ArH), 7.07 (2H, dd, J = 8.2 Hz, J = 1.6 Hz, ArH), 6.96 (2H, td, J = 8.1 Hz, J = 1.2 Hz, ArH), 1.47 (18H, s, ^{t}Bu). ^{13}C NMR ($CDCl_3$, δ, ppm): 163.3, 159.7, 157.5, 152.2, 131.5, 126.5, 119.2, 118.9, 118.4, 116.4, 35.6, 30.6.

실시예 2

1b의 합성



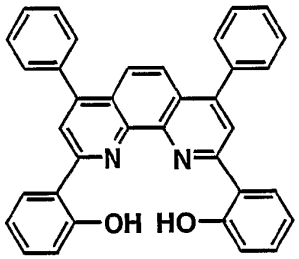
1b

금속 착물 1b의 합성 방법을 기술한다. 메탄올(20mL)에 가한 NaOMe(0.014g, 0.25mmol) 및 상기 리간드 1a(0.113 g, 0.25mmol)의 혼합물을 2시간 동안 교반하였다. $Pt(CH_3CN)_2Cl_2$ (0.25mmol)의 아세토니트릴 용액(20mL)을 상기 메탄올성 현탁액에 가한 후 24시간 동안 리플럭스하였다. 얻어진 현탁액을 여과하고, 약 5mL로 농축하였다. 디에틸 에테르의 첨가시, 갈황색 고형분이 얻어졌다. 디클로로메탄 용액에 디에틸 에테르를 분산시켜 상기 조생성물을 재결정함으로써 황색 결정을 얻었다:

FAB-MS (m/z): 645 [M]$^+$, 1292 ($2M^+$ + 2), 1938 ($3M^+$ + 3). ^{1}H NMR ($CDCl_3$, δ, ppm): 8.32 (d, 2H, J = 1.41 Hz ArH), 8.01 (d, 2H, J = 7.25 Hz, ArH), 7.85 (d, 2H, J = 1.68 Hz, ArH), 7.48 (dd, 2H, J = 7.38 Hz, J = 1.13 Hz, ArH), 7.38 (td, 2H, J = 5.35, 1.61 Hz, ArH), 6.79 (td, 2H, J = 5.40, 1.35 Hz, ArH), 1.54 (s, 18H, ^{t}Bu). ^{13}C NMR ($CDCl_3$, δ, ppm): 162.745, 159.105, 155.291, 149.851, 131.269, 128.005, 124.060, 120.465, 120.402, 116.302, 116.148, 30.402, 29.715. FTIR (KBr, cm^{-1}): 3086 w, 2953 m, 1612 w, 1528 s, 1351 s, 1034 m, 885 w, 723 m.

실시예 3

2a의 합성



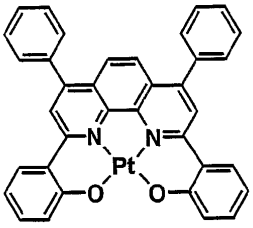
2a

리플럭스 냉각기를 구비한 100mL 둥근 바닥 플라스크에 2,9-비스(2-메톡시페닐)-4,7-디페닐-1,10-페난트롤린(미세 분말, 2g, 3.7mmol) 및 피리디늄 하이드로클로라이드(4.23g, 37mmol)를 혼합하였다. 질소를 흘려 보내면서 상기 혼합물을 36시간 동안 210°C까지 가열하였다. 냉각 후 물(30mL)을 가하고, 상기 수용액을 클로로포름(3 x 30mL)으로 추출하였다. 수집한 유기상 추출물을 중탄산나트륨 포화 용액(5 x 30mL) 및 물(3 x 30mL)로 세척하고, 무수 황산마그네슘으로 건조한 후 증발시켜 담황색 고형분을 얻었다. 용리액으로서 n-헥산:디클로로메탄(1:2)을 사용하는 실리카겔 상에서 크로마토그래피하여 황색 고형분 0.99g을 얻었다.

FAB-MS (m/z): 517 $[M+H]^+$. ^{1}H NMR (300 MHz, $CDCl_3$, δ, ppm): 14.69 (2H, s, OH), 8.52 (2H, s, ArH), 8.41 (2H, dd, J = 8.0, 1.3 Hz, ArH), 7.90 (2H, s, ArH), 7.71 (4H, d, J = 7.4 Hz), 7.64 (6H, m, ArH), 7.43 (2H, td, J = 7.7, 1.5 Hz, ArH), 7.10 (2H, dd, J = 7.4 Hz, 1.3 Hz, ArH), 7.04 (2H, td, J = 7.5, 1.3 Hz, ArH). ^{13}C NMR (600 MHz, $CDCl_3$): δ = 160.5, 157.7, 150.3, 142.8, 137.8, 132.2, 129.6, 128.9, 128.8, 127.1,125.7, 123.7, 120.6, 119.4, 119.2, 118.9.

실시예 4

2b의 합성



2b

K_2PtCl_4 (0.08g, 0.19mmol) 및 2a(0.1g, 0.19mmol)을 2일 동안 빙초산(10mL)에서 리플럭스하였다. 냉각 후, 얻어진 현탁액을 여과하여 수집하고, 아세트산 및 물로 연속하여 세척한 후 진공상에 건조시켜 갈색 고형분을 얻었다. 용리액으로서 디클로로메탄을 포함하는 실리카겔 컬럼 상에서 크로마토그래피하여 상기 조생성물을 정제하였다. 상기 디클로로메탄 수용액을 서서히 증발시킴으로써 상기 생성물을 재결정하여 적색 결정을 얻었다.

FAB-MS: m/z = 710 $[M+H]^+$. ^{1}H NMR (270 MHz, DMSO-d_6) 8.81 (2H, s, ArH), 8.56 (2H, d, J = 8.9 Hz, ArH), 8.01 (2H, s, ArH), 7.86 (4H, m , ArH), 7.71 (6H, dd, J = 4.9, 2.0 Hz, ArH), 7.44 (2H, t, J = 7.4 Hz, ArH), 7.24 (2H, d, J = 8.2 Hz, ArH), 6.80 (2H, t, J = 7.6 Hz, ArH).

본 발명에 따르는 백금 착물 1b 및 2b의 분광 특성을 표 1에 기재하였다. 착물 1b에 대하여, 250-350nm(ε =38400-17500 dm ^{3} mol $^{-1}$ cm $^{-1}$)에서 강한 흡광 밴드 및 λ_{max} 398nm(ε =10800 dm ^{3} mol $^{-1}$ cm $^{-1}$)에서 중간 강도의 흡광 밴드가 관찰되었다(도 1). 또한 약 480nm(2800 dm ^{3} mol $^{-1}$ cm $^{-1}$)에서 넓은 흡광 밴드가 관찰될 수 있

다. CH_2Cl_2 내의 착물 2b에 대하여(도 1), 291-375nm(ε =39200-24700 $dm^3 mol^{-1} cm^{-1}$)에서 몇가지 진동 전이 및 504nm(ε =7200 $dm^3 mol^{-1} cm^{-1}$)에서 넓은 밴드가 관찰되었다.

[표 1]

착물	λ_{max} /nm(ε /10 ^{4} x $dm^3 mol^{-1} cm^{-1}$)
1b	255(3.80), 315(1.75), 400(0.82), 480(0.25), 505(0.22)
2b	291(3.92), 315(3.40), 325(3.23), 352(2.58), 375(2.47), 420(0.52), 488(0.67), 504(0.72)

용액 내에서, 그리고 박막으로서 백금 착물 1b 및 2b의 광발광(photoluminescence, PL)을 표 2에 정리하였다. 도 2에서, 착물 1b의 298K 무구조 발광(structureless emission)을 CH_2Cl_2 에서 및 박막으로서 각각 595 및 599nm에서 관찰하였다. 상기 용액 내에서 그리고 박막으로서 착물 2b의 PL 성질을 도 3에 나 타내었다. 착물 1b 및 2b는 CH_2Cl_2 에서 각각 1.9 및 5.3μs의 수명을 나타냈으며, 0.1 및 0.6의 휘도 양자 효율(표준물질로서 $Ru(bpy)_3Cl_2$ 를 사용)을 각각 나타내었다.

[표 2]

착물 (매질/온도를 측정)	발광(최대값/nm)	수명(μs)	양자 효율
1b (CH_2Cl_2 / 298K)	595	1.9	0.1
1b (박막 / 298K)	599	/	/
2b (CH_2Cl_2 / 298K)	586	5.3	0.6
2b (박막 / 298K)	651	/	/

농도 = 1 x 10^{-5} mol dm^{-3}

착물 1b 및 2b의 TGA 열분해곡선을 도 4에 나타낸다. 질소 및 공기 중에서 15℃/분의 속도로 가열하는 경우 두 착물 모두 높은 열적 안정도를 나타내었다. 착물 2b의 경우 질소 중에서 536℃까지 안정하고, 공기중에서 379℃까지 안정하다. 1b의 개시(on-set) 온도는 질소중에서 438℃이고 공기중에서 382℃이다. 이와 같은 측정값을 통해, 상기 발광 물질이 OLED의 제조시 진공 증착 조건에서 승화가능하고 안정하다는 것을 나타낸다.

본 발명에 따른 전계 발광 소자를 도 5에 개략적으로 나타낸다. 본 발명의 예로서, ITO / NPB (α-나프틸페닐비페닐아민) (500Å) / [착물 1b의 0.3중량% (소자 A), 1중량%(소자 B), 또는 2중량%(소자 C) : $Bepp_2$ (400Å) / LiF (15Å) / Al (2000Å)의 조성을 갖는 OLED를 제조하였다. 소자 A(1b의 0.3중량%)의 제조방법은 다음과 같다.

실시예 5

소자 A는 다음과 같이 조합하였다: 기판 상에 20Ω/스퀘어의 시트 저항을 갖는 인듐 틴 옥사이드(ITO) 전극, 500Å의 두께를 갖는 정공 수송 물질 NPB(α-나프틸페닐비페닐 아민), 400Å의 두께를 갖고 0.3중량% 착물 1b 및 청색 발광 물질 $Bepp_2$ (베릴륨 비스(2-(2'-히드록시페닐)피리딘)의 혼합물로 구성된 발광층, 15Å의 두께를 갖는 개선 전하 수송층 LiF, 및 2000Å 두께를 갖는 알루미늄층. 상기 금속 및 유기층은 상이한 진공 증착 공정 사이에서 진공을 중단시키지 않고 5 x 10^{-6} mbar의 압력하에 순차적으로 적층하였다. 상기 층들은 초당 2 또는 5Å의 속도로 증착하였다. 캐소드 및 애노드의 면적을 중첩시켜 얻어지는 소자의 발광 면적은 3 x $3mm^2$ 이었다. 상기 ITO를 도포한 글래스 슬라이드를 유기 용매(아세톤-이소프로판올-메탄올), 탈이온수로 세척한 후, 자외선-오존 크리너로 처리하였다. 상기 소자의 EL 스펙트럼 및 전류 밀도-전압-휘도 특성을 분광광도계 및 컴퓨터 제어 직류 전원 공급장치로 실온에서 각각 측정하였다.

본 실시예에서, 상기 소자의 외부 효율은 착물 1b의 도핑 농도 수준이 2 내지 0.3중량%로 조절되는 경우 증가한다. 구체적인 실시예를 다음에서 더 설명한다:

실시예 6

착물 1b를 0.3중량% 도핑 수준으로 포함하는 소자 A의 성능을 도 6a 및 도 6b에 나타내었다. 상기 소자를 전면 바이어스(bias) 하에 구동하는 경우 2개의 강 한 EL 발광이 453 및 540nm에서 관찰되었다. 상기 소자 A의 전류밀도-전압-휘도 특성 곡선도 나타내었다. 시동(turn-on) 전압은 대략 6-7V이다. 상기 소자의 최대 효율은 2849cd/m^2 의 휘도에서 4.1cd/A이었다. 9325cd/m^2 의 최대 휘도를 10V의 구동 전압에서 얻었다. 상기 소자 A의 EL 색상은 황색(CIE 색좌표: x=0.33, y=0.47)이었다.

실시예 7

착물 1b를 1.0중량%의 도핑 수준으로 포함하는 소자 B의 성능을 도 7a 및 7b에 나타내었다. 상기 소자는 546nm에서 강한 EL 발광 피크 및 457nm에서 약한 발광 피크를 나타낸다. 소자 B의 개시(onset) 전압은 대략 6-7V이었다. 효율 및 최대 휘도는 각각 1927cd/m^2 의 휘도에서 1.9cd/A 및 9.5V의 구동 전압에서 6563cd/m^2 이었다. 상기 소자 B의 EL 색상은 황색(CIE 색좌표: x=0.39, y=0.54)이다.

실시예 8

착물 1b를 2.0중량%의 도핑 수준으로 포함하는 소자 C는 450nm 주변에서 매우 약한 발광피크와 함께 548nm에서 강한 EL 발광 피크를 나타낸다(도 8); 1.5cd/A의 EL 효율이 검출되었다. 12V의 구동 전압에서 6450cd/m^2 의 휘도가 측정되었다. 상기 소자 C의 EL 색상은 황색(CIE 색좌표: x=0.42, y=0.56)이다.

통상적으로 5%보다 큰 도핑 수준은 유기 또는 폴리머 발광 소자에서 도펀트를 발광하는 것으로 알려져 있다. 본 발명에서, 상기 OLED는 도핑 수준이 약 2%인 경우 착물 1b의 거의 완전한 발광을 나타내며, 상기 착물의 도핑 수준이 2.0중량%에서 0.3중량%로 감소하는 경우 소자의 효율은 1.5cd/A에서 4.1cd/A로 증가한다.

(57) 청구의 범위

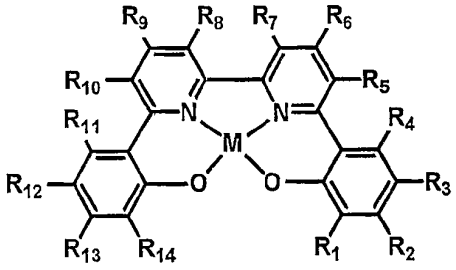
청구항 1.
전계 발광 형성용 헤테로구조체를 포함하는 유기 발광 소자에서, 호스트 물질 및 상기 호스트 물질 내에 도펀트로서 존재하는 발광 분자를 필수적으로 포함하며, 상기 발광 분자가 치환 또는 비치환된 피리딘기를 하나 이상 함유하는 네자리주게 리간드를 포함하는 금속 착물로부터 선택된 것을 특징으로 하는 발광층.

청구항 2.
제1항에 있어서, 상기 발광 분자가 네자리주게 ONNO-타입 리간드를 포함하는 금속 착물로부터 선택된 것이며, 상기 NN이 치환 또는 비치환된 2,2'-비피리딘, 또는 치환 또는 비치환된 1,10-페난트롤린인 것을 특징으로 하는 발광층.

청구항 3.
제1항에 있어서, 상기 금속 착물의 금속이 10족 원소로부터 선택된 것을 특징으로 하는 발광층.

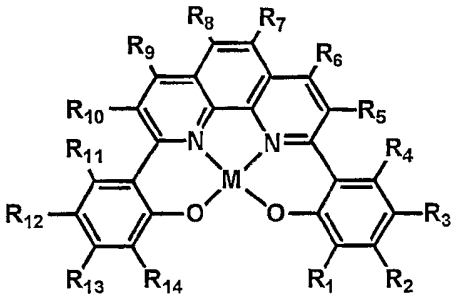
청구항 4.
제1항에 있어서, 상기 발광 분자가 하기 화학식 I 및 II의 구조를 갖는 것을 특징으로 하는 발광층:

<화학식 I>



I

<화학식 II>



II

식중,

M은 10족 금속(백금 포함)을 나타내고,

R_1-R_{14}는 각각 독립적으로 수소; 할로겐원자; 치환 또는 비치환된 알킬기; 및 치환 또는 비치환된 아릴기로 이루어지는 군으로부터 선택되며,

상기 치환기는 할로겐 원자, 저급 알킬기 및, 알려진 공여체와 수용체 작용 기로 이루어진 군으로부터 선택된다.

청구항 5.
제4항에 있어서, 상기 발광 분자가 상기 호스트 물질의 중량을 기준으로 0.3 내지 20중량% 범위의 낮은 농도로 상기 호스트 물질 내에 도펀트로서 존재하는 것을 특징으로 하는 발광층.

청구항 6.
제4항에 있어서, 황색의 전계발광을 형성하는 것을 특징으로 하는 발광층.

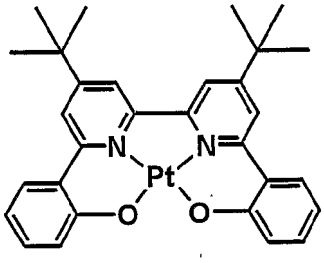
청구항 7.
상기 제5항에 따른 발광층을 구비하는 유기 발광 소자에 의해 발광된 색상(CIE 색좌표)의 변경방법.

청구항 8.
제4항에 있어서, 상기 호스트 물질이 베릴륨 비스(2-(2'-히드록시페닐)피리딘 ($Bepp_2$)인 것을 특징으로 하는 발광층.

청구항 9.
제4항에 있어서, 상기 호스트 물질 및 상기 발광 분자가 승화법, 진공 증착법, 기상 증착법, 스핀코팅법 또는 기타 방법에 의해 증착하여 박층을 형성하는 것을 특징으로 하는 발광층.

청구항 10.

하기 화학식의 구조를 갖는 것을 특징으로 하는 상기 제4항에 따른 화학식 I 의 발광 분자:



식중,

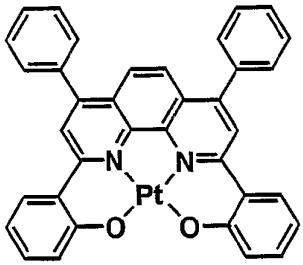
R_1-R_5, R_7-R_8 및 R_{10}-R_{14} 는 프로톤 원자를 나타내고,

R_6 및 R_9 는 *tert*-부틸기를 나타내며,

M은 백금을 나타낸다.

청구항 11.

하기 화학식의 구조를 갖는 것을 특징으로 하는 상기 제4항에 따른 화학식 II의 발광 분자:



2b

식중,

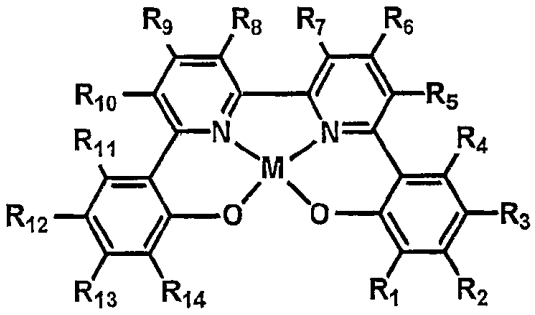
R_1-R_5, R_7-R_8 및 R_{10}-R_{14} 는 프로톤 원자를 나타내며,

R_6 및 R_9 는 페닐기를 나타내고,

M은 백금을 나타낸다.

청구항 12.

하기 화학식 I의 구조를 갖는 발광 물질의 제조방법:



I

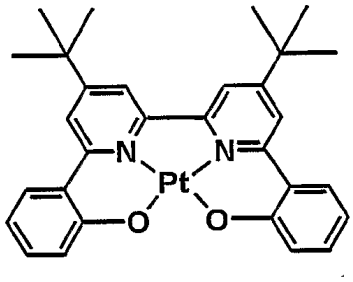
식중,

M은 10족 원소를 나타내며(백금 포함),

R_1-R_{14}는 각각 독립적으로 수소; 할로겐원자; 치환 또는 비치환된 알킬기; 및 치환 또는 비치환된 아릴기로 이루어지는 군으로부터 선택되며,

상기 치환기는 할로겐 원자, 저급 알킬기 및, 알려진 공여체와 수용체 작용기로 이루어진 군으로부터 선택된다.

청구항 13.
제12항에 있어서, 상기 화학식 I의 발광 물질이 하기 화학식의 구조를 갖는 것을 특징으로 하는 제조방법:



1b

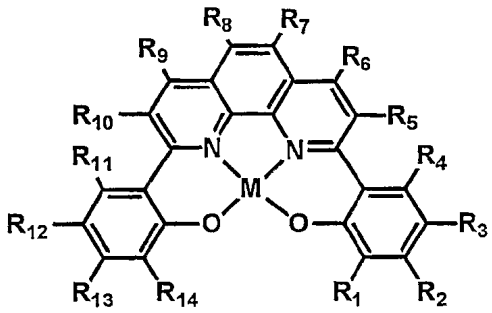
식중,

R_1-R_5, R_7-R_8 및 R_{10}-R_{14}는 프로톤 원자를 나타내며,

R_6 및 R_9는 *tert*-부틸기를 나타내고,

M은 백금을 나타낸다.

청구항 14.
하기 화학식 II의 구조를 갖는 발광 물질의 제조방법:



II

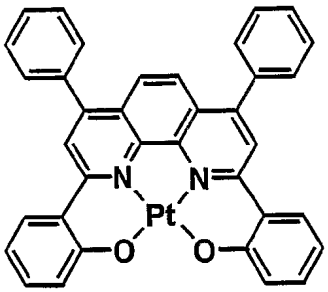
식중,

M은 10족 원소를 나타내며(백금 포함),

R_1-R_{14}는 각각 독립적으로 수소; 할로겐원자; 치환 또는 비치환된 알킬기; 및 치환 또는 비치환된 아릴기로 이루어지는 군으로부터 선택되며,

상기 치환기는 할로겐 원자, 저급 알킬기 및, 알려진 공여체와 수용체 작용기로 이루어진 군으로부터 선택된다.

청구항 15.
제14항에 있어서, 상기 화학식 II의 발광 물질이 하기 화학식의 구조를 갖는 것을 특징으로 하는 제조방법:



2b

식중,

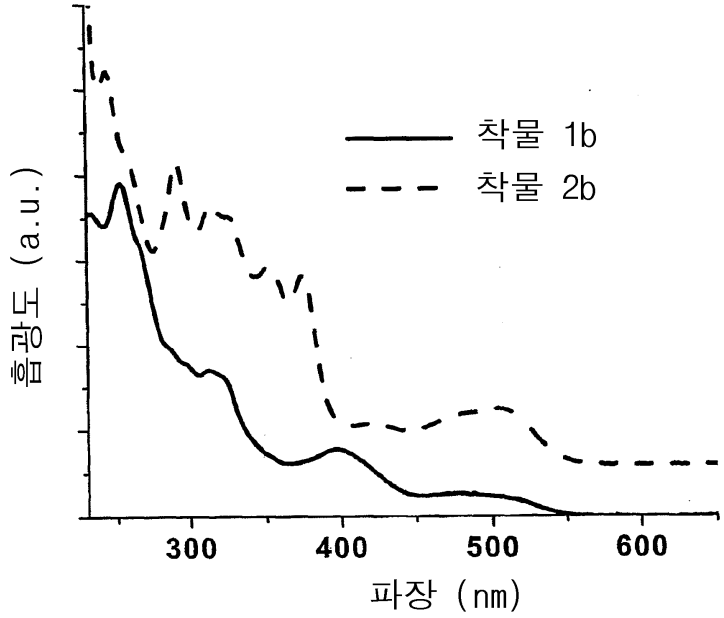
R_1-R_5, R_7-R_8 및 R_{10}-R_{14}는 프로톤 원자를 나타내며,

R_6 및 R_9는 페닐기를 나타내고,

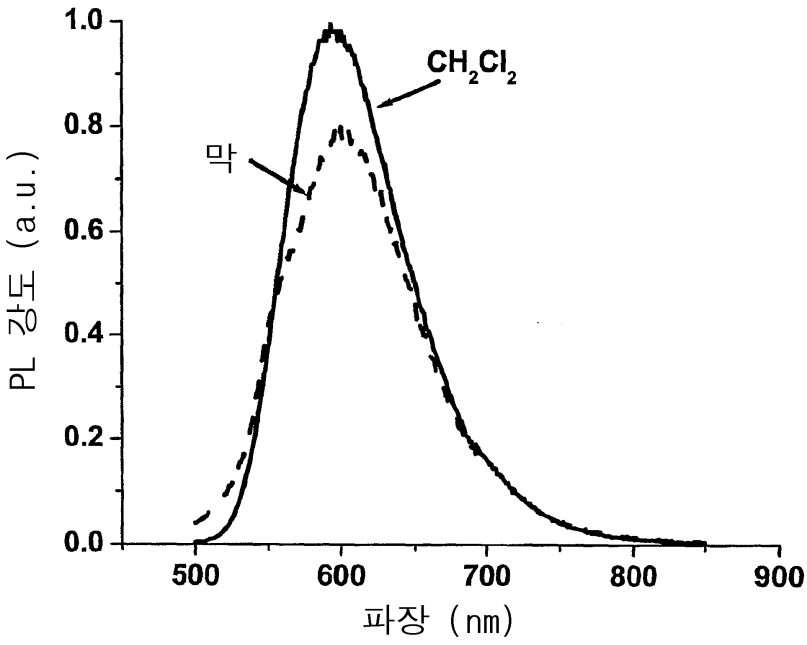
M은 백금을 나타낸다.

도면

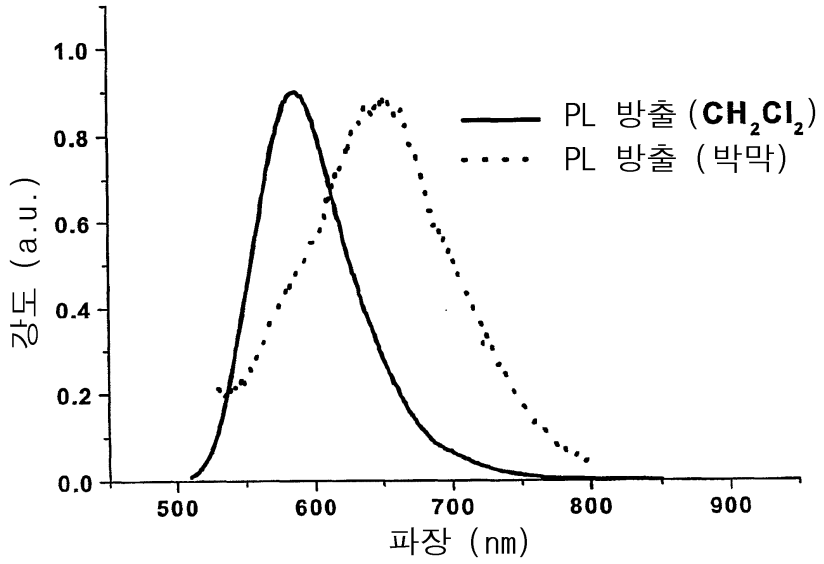
도면1


착물 1b
착물 2b
흡광도 (a.u.)
300
400
500
600
파장 (nm)

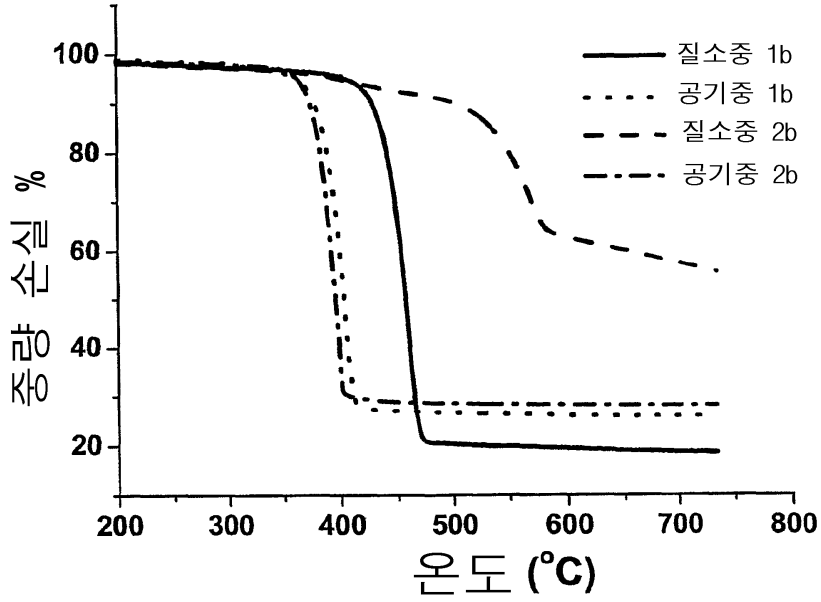
도면2


CH2Cl2
막
PL 강도 (a.u.)
1.0
0.8
0.6
0.4
0.2
0.0
500
600
700
800
900
파장 (nm)

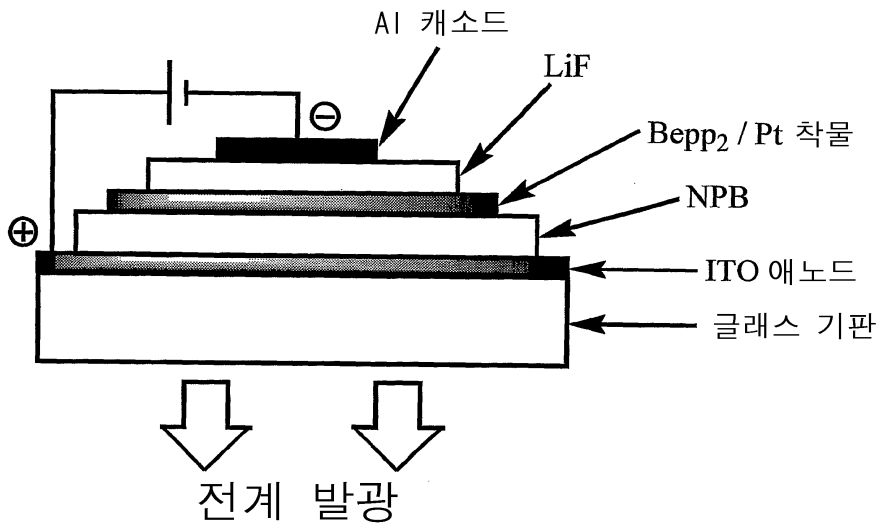
도면3


1.0
0.8
0.6
0.4
0.2
0.0
강도 (a.u.)
500
600
700
800
900
파장 (nm)
PL 방출 (CH_2Cl_2)
PL 방출 (박막)

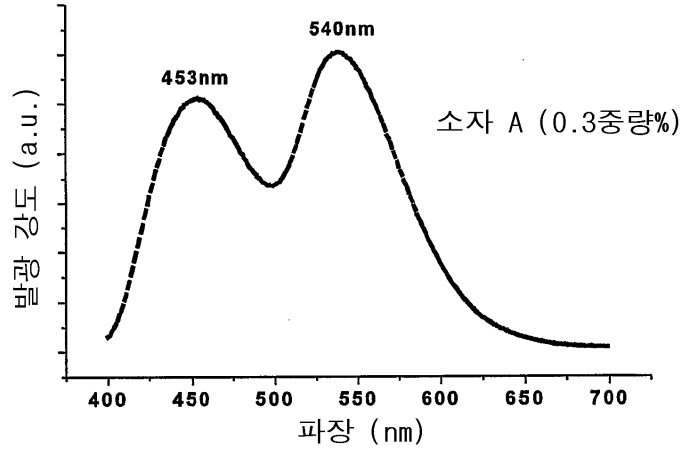
도면4


100
80
60
40
20
중량 손실 %
200
300
400
500
600
700
800
온도 (°C)
질소중 1b
공기중 1b
질소중 2b
공기중 2b

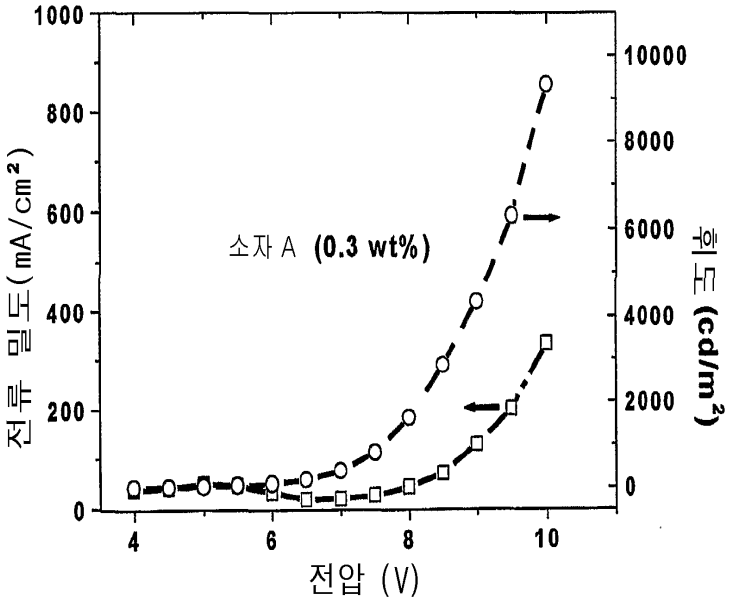
도면5


Al 캐소드
LiF
$Bepp_2$ / Pt 착물
NPB
ITO 애노드
글래스 기판
⊖
⊕
전계 발광

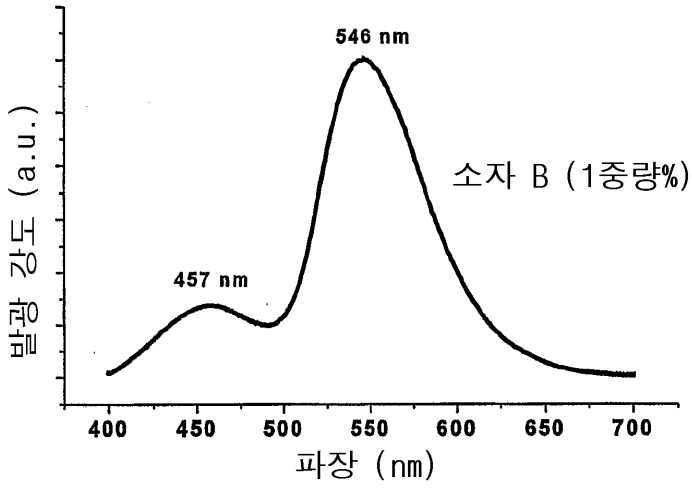
도면6a



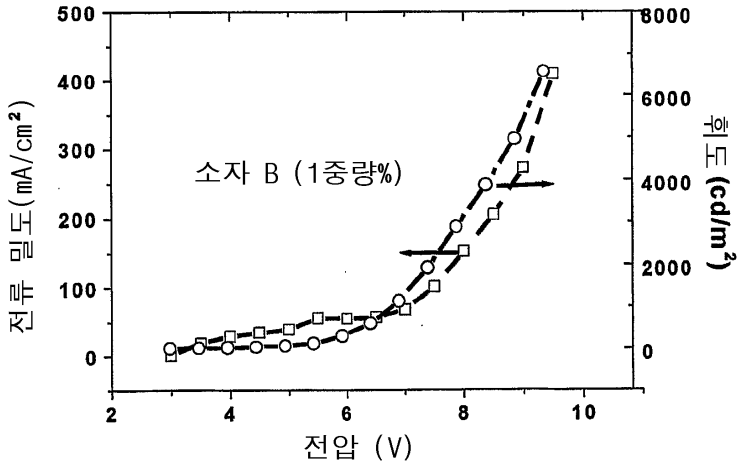
도면6b



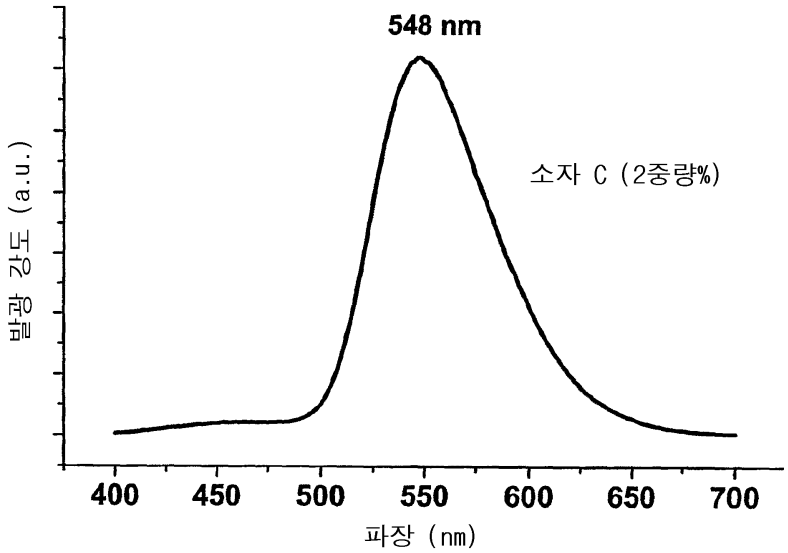
도면7a



도면7b


500
400
300
200
100
0
8000
6000
4000
2000
0
2
4
6
8
10
전류 밀도(mA/cm²)
휘도 (cd/m²)
소자 B (1중량%)
전압 (V)

도면8


548 nm
소자 C (2중량%)
발광 강도 (a.u.)
400
450
500
550
600
650
700
파장 (nm)

专利名称(译)	电致发光材料		
公开(公告)号	KR1020050007357A	公开(公告)日	2005-01-17
申请号	KR1020047017529	申请日	2003-03-27
[标]申请(专利权)人(译)	香港大学 多大学的香港.		
申请(专利权)人(译)	香港大学		
[标]发明人	CHE CHIMING 체치밍		
发明人	체치밍		
IPC分类号	C09K11/06 H01L51/50 C07D213/30 C07D213/38 C07D213/53 C07D471/04 C07F15/00 H01L51/00 H01L51/30		
CPC分类号	C07D213/38 C07D213/30 C07D471/04 C09K11/06 C09K2211/1007 C09K2211/1011 C09K2211/1014 C09K2211/1029 C09K2211/1044 C09K2211/185 H01L51/0087 H01L51/5012 Y10S428/917		
优先权	10/137272 2002-05-01 US		
其他公开文献	KR100991874B1		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

由四齿ONNO型配体和第10族金属衍生的高亮度，热稳定和防潮的发光材料用作有机发光器件中的发光掺杂剂。掺杂剂具有由式I和II表示的分子结构：其中M代表第10族金属（包括铂），R1-R14各自独立地选自氢;卤素;烷基;取代的烷基;芳基;取代的芳基，选自卤素，低级烷基和公认的供体和受体基团的取代基。©KIPO & WIPO 2007