



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2009년01월21일
 (11) 등록번호 10-0879695
 (24) 등록일자 2009년01월13일

- (51) Int. Cl.⁹
C09K 11/06 (2006.01)
- (21) 출원번호 10-2003-7013148
 (22) 출원일자 2003년10월08일
 심사청구일자 2006년12월26일
 번역문제출일자 2003년10월08일
 (65) 공개번호 10-2004-0069972
 (43) 공개일자 2004년08월06일
 (86) 국제출원번호 PCT/US2001/049522
 국제출원일자 2001년12월26일
 (87) 국제공개번호 WO 2003/063555
 국제공개일자 2003년07월31일
- (56) 선행기술조사문헌
 US20010019782 A1
 US20010053462 A1
- 전체 청구항 수 : 총 17 항
- (73) 특허권자
이 아이 듀폰 디 네모아 앤드 캄파니
 미합중국 델라웨어주 (우편번호 19898) 윌밍톤시
 마켓트 스트리트 1007
- (72) 발명자
페트로브, 비아케슬라브, 에이.
 미국 19707 델라웨어주 호케신 카파 코트 2
왕, 잉
 미국 19810 델라웨어주 윌밍톤 그린마운트 로드
 4010
그루신, 블라디미르
 미국 19707 델라웨어주 호케신 러니메드 로드 533
- (74) 대리인
김영, 장수길
- 심사관 : 손창호

(54) 불소화 페닐퀴놀린과 이리듐의 전기발광 화합물 및 이 화합물로 제조된 장치

(57) 요약

본 발명은 일반적으로 전기발광 Ir(III) 화합물, 상기 Ir(III) 화합물을 제조하는데 이용되는 치환된 2-페닐피리딘, 페닐피리미딘 및 페닐퀴놀린 및 상기 Ir(III) 화합물로 제조된 장치에 관한 것이다.

특허청구의 범위

청구항 1

하기 표에 기재된 화합물 8-c 내지 8-s로부터 선택된 화합물.

화합물	작물 화학식	리간드 구조식 (L ^a , L ^b , L ^c)	R 치환체	L'
8-c	화학식 2	XI	R ₁₈ = CF ₃	acac
8-d	화학식 2	XII	R ₂₉ = CF ₃	acac
8-e	화학식 2	XII	R ₂₈ = CF ₃	acac
8-f	화학식 2	XII	R ₂₉ = F	acac
8-g	화학식 2	XII	R ₂₇ = F R ₂₉ = F	acac
8-h	화학식 2	XII	R ₂₇ = F R ₂₉ = F R ₃₀ = F	acac
8-i	화학식 2	XII	R ₂₈ = F R ₂₉ = F R ₃₀ = F	acac
8-j	화학식 2	XII	R ₂₈ = F R ₃₀ = F	acac
8-k	화학식 2	XII	R ₂₉ = C ₈ F ₁₇	acac
8-l	화학식 3	XII	R ₂₉ = CF ₃	-
8-m	화학식 3	XII	R ₂₈ = F R ₂₉ = F R ₃₀ = F	-
8-n	화학식 3	XII	R ₂₇ = F R ₂₉ = F R ₃₀ = F	-
8-o	화학식 3	XII	R ₂₇ = F R ₂₉ = F	-
8-p	화학식 3	XII	R ₂₈ = CF ₃	-
8-q	화학식 3	XII	R ₂₈ = F R ₃₀ = F	-
8-r	화학식 2	XII	R ₂₇ = F R ₂₉ = F	acac
8-s	화학식 2	XII	R ₂₉ = OCF ₃	acac

acac는 2,4-펜탄디오네이트를 나타냄

<화학식 2>



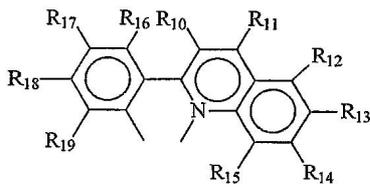
상기 식에서, L^a 및 L^b는 동일하고, y는 1이고, z는 0이고, L^a 및 L^b는 하기 화학식 XI 및 화학식 XII로부터 선택된 구조를 갖는다.

<화학식 3>



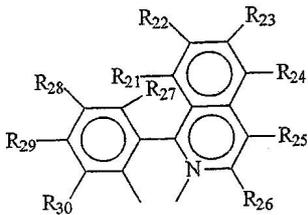
상기 식에서, L^a, L^b 및 L^c는 동일하고, L^a, L^b 및 L^c는 하기 화학식 XII의 구조를 갖는다.

<화학식 XI>



상기 식에서, 하나 이상의 R₁₀ 내지 R₁₉는 F, C_nF_{2n+1}, OC_nF_{2n+1}, 및 OCF₂X으로부터 선택되고, 여기서, n은 1 내지 6의 정수이고, X는 H, Cl, 또는 Br이되, 상기 표에서 명시한 치환체는 상기 표의 정의를 따른다.

<화학식 XII>



상기 식에서, 하나 이상의 R₂₁ 내지 R₃₀은 F, C_nF_{2n+1}, OC_nF_{2n+1}, 및 OCF₂X으로부터 선택되고, 여기서, n은 1 내지 6의 정수이고, X는 H, Cl, 또는 Br이되, 상기 표에서 명시한 치환체는 상기 표의 정의를 따른다.

청구항 2

제1항에 기재된 화합물 8-c 내지 8-s로부터 선택된 하나 이상의 화합물을 포함하는 하나 이상의 활성층을 두 개의 전기 접촉층 사이에 포함하는 유기 전기 장치.

청구항 3

제2항에 있어서, 활성층이 발광층인 장치.

청구항 4

제2항에 있어서, 활성층이 전하 운반층인 장치.

청구항 5

570 내지 700 nm의 범위에서 방출 최대치를 갖는 방출층을 포함하며, 방출층의 20 중량% 이상이 하기 화학식 2를 갖는 하나 이상의 화합물을 포함하는 것인 유기 전기 장치.

<화학식 2>



상기 식에서,

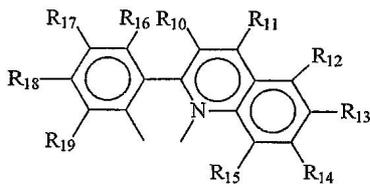
y는 1이고;

z는 0이고;

L'는 두자리 리간드이고, 페닐피리딘, 페닐피리미딘 또는 페닐퀴놀린이 아니고;

L^a 및 L^b는 서로 같거나 다르며 각각의 L^a 및 L^b는 하기 화학식 XI 및 화학식 XII로부터 선택된 구조를 갖고;

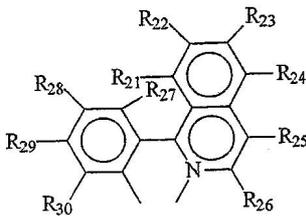
<화학식 XI>



상기 식에서,

R10 내지 R19 중 하나 이상은 F, C_nF_{2n+1}, OC_nF_{2n+1}, 및 OCF₂X로부터 선택되고, 여기서 n은 1 내지 6의 정수이고, X는 H, Cl 또는 Br 이고,

<화학식 XII>



상기 식에서,

R21 내지 R30 중 하나 이상은 F, C_nF_{2n+1}, OC_nF_{2n+1}, 및 OCF₂X로부터 선택되고, 여기서 n은 1 내지 6의 정수이고, X는 H, Cl 또는 Br 이다.

청구항 6

570 내지 700 nm의 범위에서 방출 최대치를 갖는 방출층을 포함하며, 방출층의 20 중량% 이상이 하기 화학식 3을 갖는 하나 이상의 화합물을 포함하는 것인 유기 전기 장치.

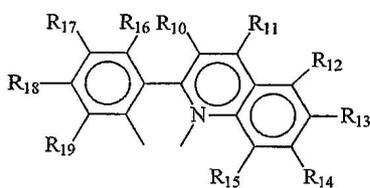
<화학식 3>



상기 식에서,

L^a, L^b 및 L^c는 서로 같거나 다르고 각각의 L^a, L^b 및 L^c는 하기 화학식 XI 및 화학식 XII로부터 선택되는 구조를 갖고:

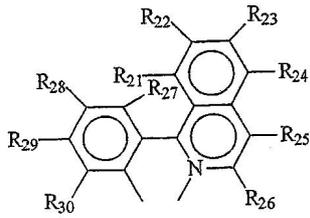
<화학식 XI>



상기 식에서,

R10 내지 R19 중 하나 이상은 F, C_nF_{2n+1}, OC_nF_{2n+1}, 및 OCF₂X로부터 선택되고, 여기서 n은 1 내지 6의 정수이고, X는 H, Cl 또는 Br 이고,

<화학식 XII>



상기 식에서,

R₂₁ 내지 R₃₀ 중 하나 이상은 F, C_nF_{2n+1}, OC_nF_{2n+1}, 및 OCF₂X로부터 선택되고, 여기서 n은 1 내지 6의 정수이고, X는 H, Cl 또는 Br이다.

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

청구항 10

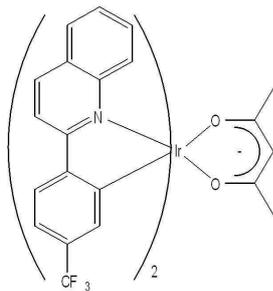
삭제

청구항 11

삭제

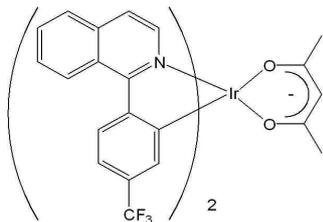
청구항 12

제5항에 있어서, 하나 이상의 화합물이 하기 화학식을 갖는 것인 장치.



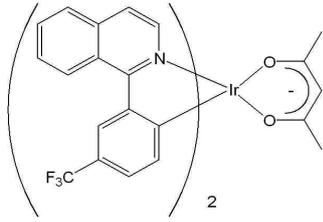
청구항 13

제5항에 있어서, 하나 이상의 화합물이 하기 화학식을 갖는 것인 장치.



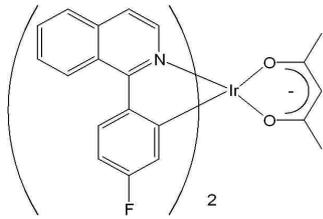
청구항 14

제5항에 있어서, 하나 이상의 화합물이 하기 화학식을 갖는 것인 장치.



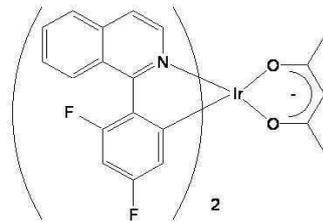
청구항 15

제5항에 있어서, 하나 이상의 화합물이 하기 화학식을 갖는 것인 장치.



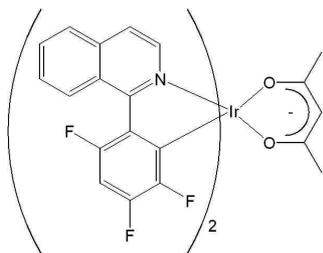
청구항 16

제5항에 있어서, 하나 이상의 화합물이 하기 화학식을 갖는 것인 장치.



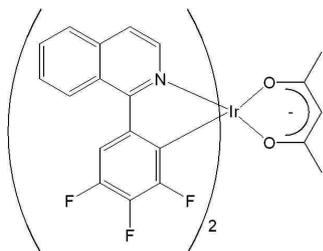
청구항 17

제5항에 있어서, 하나 이상의 화합물이 하기 화학식을 갖는 것인 장치.



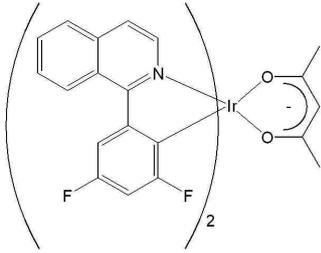
청구항 18

제5항에 있어서, 하나 이상의 화합물이 하기 화학식을 갖는 것인 장치.



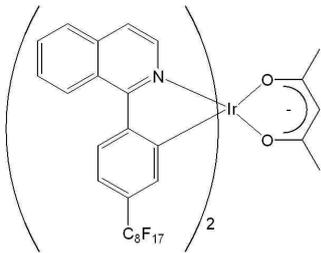
청구항 19

제5항에 있어서, 하나 이상의 화합물이 하기 화학식을 갖는 것인 장치.



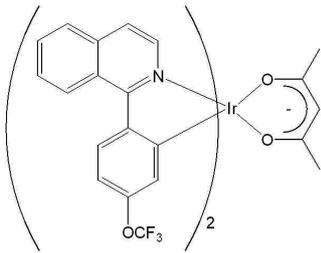
청구항 20

제5항에 있어서, 하나 이상의 화합물이 하기 화학식을 갖는 것인 장치.



청구항 21

제5항에 있어서, 하나 이상의 화합물이 하기 화학식을 갖는 것인 장치.



청구항 22

제6항에 있어서, 하나 이상의 화합물이 하기 표의 화합물 8-1 내지 8-q로부터 선택되는 것인 장치.

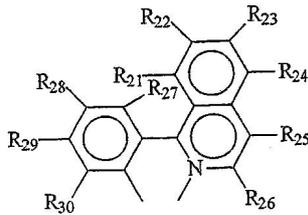
화합물	작물 화학식	리간드 구조식 (L ^a , L ^b , L ^c)	R 치환체
8-l	화학식 3	XII	R ₂₉ = CF ₃
8-m	화학식 3	XII	R ₂₈ = F R ₂₉ = F R ₃₀ = F
8-n	화학식 3	XII	R ₂₇ = F R ₂₉ = F R ₃₀ = F
8-o	화학식 3	XII	R ₂₇ = F R ₂₉ = F
8-p	화학식 3	XII	R ₂₈ = CF ₃
8-q	화학식 3	XII	R ₂₈ = F R ₃₀ = F

<화학식 3>



상기 식에서, L^a, L^b 및 L^c는 동일하고, L^a, L^b 및 L^c는 하기 화학식 XII의 구조를 갖는다.

<화학식 XII>



상기 식에서, 하나 이상의 R₂₁ 내지 R₃₀은 F, C_nF_{2n+1}, OC_nF_{2n+1}, 및 OCF₂X으로부터 선택되고, 여기서, n은 1 내지 6의 정수이고, X는 H, Cl, 또는 Br이되, 상기 표에서 명시한 치환체는 상기 표의 정의를 따른다.

명세서

기술분야

<1> 관련 출원

<2> 본 출원은 2000년 6월 30일에 출원된 미국 가출원 제60/215,362호 및 2000년 8월 10일에 출원된 미국 가출원 제60/224,273호의 우선권을 주장하는, 현재 계류 중인 2001년 6월 12일에 출원된 미국 특허 출원 제09/879,014호의 일부 계속 출원이다.

배경기술

<3> 발명의 분야

<4> 본 발명은 불소화 페닐피리딘, 페닐피리미딘 및 페닐퀴놀린과 이리듐(III)의 전기발광 착물에 관한 것이다. 본 발명은 또한 활성층이 전기발광 Ir(III) 착물을 포함하는 전기 장치에 관한 것이다.

<5> 관련 기술의 기재

<6> 디스플레이를 구성하는 발광 다이오드와 같은 빛을 방출하는 유기 전기 장치는 많은 상이한 종류의 전기 용품에 존재한다. 이러한 모든 장치에서, 유기 활성층은 두 개의 전기 접촉층 사이에 끼워져 있다. 전기 접촉층 중 적어도 하나는 빛이 전기 접촉층을 통과할 수 있도록 광 투과성이다. 유기 활성층은 전기 접촉층을 가로질러서 전기를 가할 때 광 투과 전기 접촉층을 통하여 빛을 방출한다.

<7> 발광 다이오드에서 활성 성분으로서 유기 전기발광 화합물을 사용하는 것은 잘 알려져 있다. 단순한 유기 분자, 예를 들면 안트라센, 티아디아졸 유도체, 및 쿠마린 유도체가 전기발광을 나타내는 것으로 알려졌다. 반도체 공액 중합체도 예를 들면, 프랜드 (Friend) 등의 미국 특허 5,247,190호, 히거 (Heeger) 등의 미국 특허 5,408,109호, 및 나카노 (Nakano) 등의 유럽 공개 특허 출원 443 861호에 개시된 바와 같이, 전기발광 성분으로 사용되었다. 3가 금속 이온, 특히 알루미늄과 8-히드록시퀴놀레이트의 착물은 예를 들면, 탕 (Tang) 등의 미국 특허 5,552,678호에 개시된 바와 같이 전기발광 성분으로 광범위하게 사용되었다.

<8> 버로우스 (Burrows) 및 톰슨 (Thompson)은 fac-트리스(2-페닐피리딘)이리듐이 유기 발광 장치에서 활성 성분으로 사용될 수 있다고 보고하였다 (Appl. Phys. Lett. 1999, 75, 4). 이리듐 화합물이 호스트 전도성 물질로 존재할 때 성능이 최대화된다. 톰슨은 또한 활성층이 fac-트리스[2-(4',5'-디플루오로페닐)피리딘-C²,N]이리듐(III)으로 도핑된 폴리(N-비닐 카르바졸)인 장치에 대해 보고하였다 (Polymer Preprints 2000, 41(1), 770).

<9> 그러나, 향상된 효율을 갖는 전기발광 화합물에 대한 요구가 여전히 존재한다.

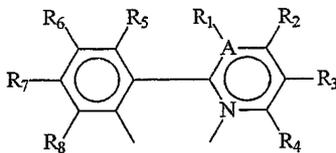
<10> 발명의 요약

<11> 본 발명은 두 개 이상의 2-페닐피리딘 리간드를 갖고 리간드 상에 하나 이상의 불소 또는 불소화된기가 있는 이리듐 화합물 (일반적으로 "Ir(III) 화합물"로 불림)에 관한 것이다. 이리듐 화합물은 하기 화학식 1을 갖는다:

화학식 1

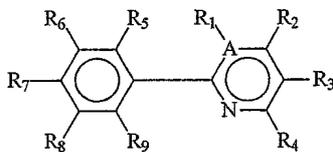
- <12> $IrL^a L^b L^c L_x L' y L''_z$
- <13> 상기 식에서,
- <14> $x = 0$ 또는 1이고, $y = 0, 1$ 또는 2 이고, $z = 0$ 또는 1이되,
- <15> 단, $x = 0$ 또는 $y + z = 0$ 이고
- <16> $y = 2$ 이면 $z = 0$ 이고;
- <17> L' 는 두자리 리간드 또는 한자리 리간드이고, 페닐피리딘, 페닐피리미딘 또는 페닐퀴놀린이 아니되,
- <18> 단, L' 가 한자리 리간드이면, $y + z = 2$ 이고,
- <19> L' 가 두자리 리간드이면, $z = 0$ 이고;
- <20> L'' 는 한자리 리간드이고, 페닐피리딘, 및 페닐피리미딘 또는 페닐퀴놀린이 아니고;
- <21> L^a , L^b 및 L^c 는 서로 같거나 다르며 각각의 L^a , L^b 및 L^c 는 하기 화학식 I의 구조를 갖고:

화학식 I



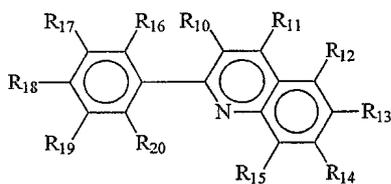
- <22>
- <23> 상기 식에서,
- <24> 인접한 R_1 내지 R_4 및 R_5 내지 R_8 의 쌍은 결합되어 5- 또는 6-원환을 형성할 수 있고,
- <25> R_1 내지 R_8 중 하나 이상은 F, C_nF_{2n+1} , OC_nF_{2n+1} , 및 OCF_2X 로부터 선택되고, 여기서 n은 1 내지 6의 정수이고 X는 H, Cl 또는 Br이고,
- <26> A는 C 또는 N이되, 단 A가 N이면 R_1 이 없다.
- <27> 다른 실시태양에서, 본 발명은 상기 Ir(III) 화합물이 제조되는 치환된 2-페닐피리딘, 페닐피리미딘 및 페닐퀴놀린 전구체 화합물에 관한 것이다. 전구체 화합물은 하기 화학식 II 또는 III의 구조를 갖는다:

화학식 II



- <28>
- <29> 상기 식에서, A 및 R_1 내지 R_8 은 상기 화학식 I에서 정의한 바와 같고, R_9 는 H이다.

화학식 III



- <30>
- <31> 상기 식에서,

- <32> R₁₀ 내지 R₁₉ 중 하나 이상은 F, C_nF_{2n+1}, OC_nF_{2n+1}, 및 OCF₂X로부터 선택되고, n은 1 내지 6의 정수이고, X는 H, Cl 또는 Br이고 R₂₀은 H이다.
- <33> 페닐-피리딘, 페닐-피리미딘 및 페닐-퀴놀린 결합에 관하여 자유 회전이 있는 것으로 이해된다. 그러나, 본원에서 논의될 때는, 화합물은 하나의 배향에 관하여 기재될 것이다.
- <34> 다른 실시태양에서, 본 발명은 상기 Ir(III) 화합물 또는 상기 Ir(III) 화합물의 조합을 포함하는 하나 이상의 방출층을 갖는 유기 전기 장치에 관한 것이다.
- <35> 본원에 사용되는 "화합물"이라는 용어는 원자로 이루어진 분자로 구성된 전기적으로 전하를 띠지 않는 물질을 의미하는 것으로 의도되고, 여기서 원자는 물리적 수단에 의해 분리될 수 없는 것이다. "리간드"라는 용어는 금속 이온의 배위권에 부착된 분자, 이온 또는 원자를 의미하는 것으로 의도된다. "착물"이라는 용어는 명사로 사용될 때 하나 이상의 금속 이온 및 하나 이상의 리간드를 갖는 화합물을 의미하는 것으로 의도된다. "기"라는 용어는 유기 화합물에서의 치환체 또는 착물에서의 리간드와 같이 화합물의 일부를 의미하는 것으로 의도된다. "면 이성질체"라는 용어는 팔면체의 기하학적 구조를 갖는 착물, Ma₃b₃에서 3 개의 "a"기가 모두 인접해 있고, 즉 팔면체의 한 면의 귀퉁이들에 위치하는 이성질체를 의미하는 것으로 의도된다. "자오선 이성질체"라는 용어는 팔면체의 기하학적 구조를 갖는 착물, Ma₃b₃에서 두 개의 "a"기가 서로 트랜스로 위치하도록 3 개의 "a"기가 세 위치를 차지하는 이성질체를 의미하는 것으로 의도된다. "인접한"이라는 용어는 장치에서 층을 언급하기 위하여 사용될 때 반드시 한 층이 다른 층의 바로 다음에 위치하는 것을 의미하지는 않는다. 반면, "인접한 R 기"라는 어구는 화학식에서 서로 옆에 있는 R기 (즉, 결합에 의해 연결된 원자 상의 R 기)를 지칭하기 위하여 사용된다. "광활성"이라는 용어는 전기발광 및(또는) 감광성을 나타내는 물질을 지칭한다. "(H+F)"라는 용어는 완전한 수소화, 부분적 불소화 또는 과불소화된 치환체를 포함하여 수소 및 불소의 모든 조합을 의미하는 것으로 의도된다. "방출 최대치"는 최대 강도의 전기발광이 얻어지는, 나노미터로 나타낸 파장을 의미한다. 전기발광은 일반적으로 시험될 물질이 두 개의 전기 접촉 층 사이에 끼워지고 전압이 인가된 다이오드 구조에서 측정된다. 광 강도 및 파장은 예를 들면 광다이오드 및 분광사진에 의해 각각 측정될 수 있다.

발명의 상세한 설명

- <38> 본 발명의 Ir(III) 화합물은 상기 화학식 1의 Ir(III)L^aL^bL^cL'_yL''_z의 구조를 갖는다.
- <39> 상기 Ir(III) 화합물은 고리금속화 착물로 불리는 경우가 많다: 하기 화학식 2를 갖는 Ir(III) 화합물은 또한 비스-고리금속화 착물로 불리는 경우가 많다:

화학식 2

- <40> IrL^aL^bL'_yL''_z
- <41> 상기 식에서, y, z, L^a, L^b, L' 및 L''는 상기 화학식 1에서 정의한 바와 같다.
- <42> 하기 화학식 3을 갖는 Ir(III) 화합물은 또한 트리스-고리금속화 착물로 불리는 경우가 많다:

화학식 3

- <43> IrL^aL^bL^c
- <44> 상기 식에서, L^a, L^b 및 L^c는 상기 화학식 1에서 정의한 바와 같다.
- <45> 바람직한 고리금속화 착물은 중성 및 비-이온성이고 그대로 승화될 수 있다. 진공 증착을 통해 얻어진 이 물질의 얇은 필름은 양호 내지는 우수한 전기발광 성질을 나타낸다. 불소 치환체를 이리듐 원자 상의 리간드에 도입하면 착물의 안정성 및 휘발성이 모두 증가한다. 그 결과, 낮은 온도에서 진공 증착이 수행될 수 있고 착물의 분해를 피할 수 있다. 리간드에 불소 치환체를 도입함으로써 고체 상태에서 비-복사성 붕괴 속도 및 자기 소광 현상을 감소시킬 수 있는 경우가 많다. 이러한 감소에 의해 발광 효율이 증강될 수 있다. 전자를 주는 성질 및 전자를 끄는 성질을 갖는 치환체의 변형은 화합물의 전기발광 성질을 미세하게 조절할 수 있게 함으로

써 전기발광 장치에서 밝기 및 효율의 최적화를 가능하게 한다.

<46> 이론에 구속되는 것을 바라는 것은 아니지만, 이리듐 화합물로부터의 방출은 금속에서 리간드로의 전하 운반에 기인하는, 리간드에 기초한 것으로 생각된다. 따라서, 전기발광을 나타낼 수 있는 화합물은 상기 화학식 2의 $IrL^aL^bL^c$, 및 화학식 3 $IrL^aL^bL^c$ (화학식 3에서 L^a , L^b 및 L^c 모두는 페닐피리딘, 페닐피리미딘 또는 페닐퀴놀린)의 화합물을 포함한다. 화학식 I 및 II의 R_1 내지 R_8 기, 및 상기 화학식 III의 R_{10} 내지 R_{19} 는 유기 화합물에 대한 통상의 치환체, 예를 들면 알킬, 알콕시, 할로젠, 니트로 및 시아노기, 뿐만 아니라 플루오로, 불소화된 알킬, 불소화된 알콕시기에서 선택될 수 있다. 이 기들은 부분적으로 또는 완전히 불소화 (과불소화)될 수 있다. 바람직한 이리듐 화합물은 R_1 내지 R_8 및 R_{10} 내지 R_{19} 치환체의 모두가 플루오로, 과불소화된 알킬 (C_nF_{2n+1}) 및 과불소화된 알콕시기 (OC_nF_{2n+1}) (과불소화된 알킬 및 알콕시기는 1 내지 6 개의 탄소 원자를 가짐) 또는 화학식 OCF_2X 의 기 (여기서 X는 H, Cl 또는 Br임)로부터 선택된다.

<47> 고리금속화 이리듐 착물의 전기발광 성질은 R_1 내지 R_8 및 R_{10} 내지 R_{19} 기 중 하나 이상이 니트로기일 때 더 좋지 않다. 그러므로, R_1 내지 R_8 및 R_{10} 내지 R_{19} 기 중 어느 것도 니트로기가 아닌 것이 바람직하다.

<48> 고리금속화 이리듐 착물의 발광 효율은 수소의 전부 또는 일부가 중수소로 치환된 페닐피리딘, 페닐피리미딘, 및 페닐퀴놀린 리간드를 사용함으로써 향상될 수 있는 것으로 밝혀졌다.

<49> 질소-함유 고리는 피리딘 고리, 피리미딘 또는 퀴놀린일 수 있다. 하나 이상의 불소화 치환체가 질소 함유 고리 상에 있는 것이 바람직하고, CF_3 인 것이 가장 바람직하다.

<50> L^1 및 L^2 리간드로는 전이 금속 배위 화학에 공지된 통상적인 리간드가 적합하다. 두자리 리간드의 예는 2 개의 배위 기를 갖는 화합물, 예를 들면 치환될 수 있는 에틸렌디아민 및 아세틸아세토네이트를 포함한다. 음이온성 두자리 리간드의 예는 베타-에놀레이트, 예를 들면 아세틸아세토네이트; 치환될 수 있는, 8-히드록시퀴놀린과 같은 히드록시퀴놀린의 음이온 형태 (히드록시기로부터 H가 추출됨); 아미노카르복실레이트; 이미노카르복실레이트, 예를 들면 피리딘 카르복실레이트; 살리실레이트; 살리실알디민, 예를 들면 2-[(페닐이미노)메틸]페놀; 및 포스포노알콕시드, 예를 들면 3-(디페닐포스포노)-1-프로폭시드를 포함한다. 한자리 리간드의 예는 염소 및 질산 이온; 포스핀; 이소니트릴; 일산화탄소; 및 모노-아민을 포함한다. 이리듐 착물이 중성이고 승화가 가능한 것이 바람직하다. 하나의 두자리 리간드가 사용된다면, 순 전하가 마이너스 1 (-1)이어야 한다. 두 개의 두자리 리간드가 사용된다면, 합쳐서 -1의 순 전하를 가져야 한다. 비스-고리금속화 착물은 리간드가 모두 같지 않은 트리스-고리금속화 착물을 제조하는데 유용할 수 있다.

<51> 바람직한 실시태양에서, 이리듐 화합물은 상기 화학식 3의 $IrL^aL^bL^c$ 를 갖는다.

<52> 더욱 바람직한 실시태양에서, $L^a = L^b = L^c$ 이다. 이 더욱 바람직한 화합물은 단결정 X-선 회절로 측정시, 이리듐에 배워진 질소 원자가 이리듐에 배워진 탄소 원자에 대하여 트랜스인 면상 이성질체를 나타내는 경우가 많다. 이 더욱 바람직한 화합물은 하기 화학식 4를 갖는다:

화학식 4

<53> $fac-Ir(L^a)_3$

<54> 상기 식에서, L^a 는 상기 화학식 I의 구조를 갖는다.

<55> 화합물은 이리듐에 배워진 두 개의 질소 원자가 서로 트랜스인 자오선 기하구조를 나타낼 수도 있다. 이 화합물은 하기 화학식 5를 갖는다:

화학식 5

<56> $mer-Ir(L^a)_3$

<57> 상기 식에서, L^a 는 상기 화학식 I의 구조를 갖는다.

<58> 상기 화학식 4 및 화학식 5의 화합물의 예는 하기 표 1에 나타낸다:

<59> <표 1>

화합물	A	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	R ₇	R ₈	화학식
1-a	C	H	H	CF ₃	H	H	H	H	H	화학식 4
1-b	C	H	H	CF ₃	H	H	H	F	H	화학식 4
1-c	C	H	H	CF ₃	H	F	H	H	H	화학식 4
1-d	C	H	H	H	H	F	H	H	H	화학식 4
1-e	C	H	H	CF ₃	H	H	CF ₃	H	H	화학식 4
1-f	C	H	H	H	H	H	CF ₃	H	H	화학식 4
1-g	C	H	H	H	H	H	H	F	H	화학식 4

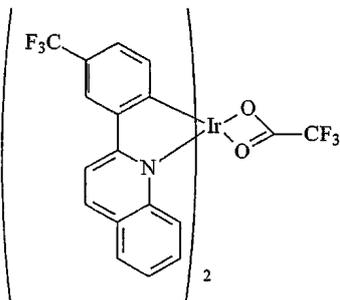
<60>

화합물	A	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	R ₇	R ₈	화학식
1-h	C	Cl	H	CF ₃	H	H	H	H	H	화학식 4
1-i	C	H	H	CF ₃	H	H	H	OCH ₃	H	화학식 4
1-j	C	H	H	CF ₃	H	H	F	H	H	화학식 4
1-k	C	H	H	NO ₂	H	H	CF ₃	H	H	화학식 4
1-l	C	H	H	CF ₃	H	H	H	OCF ₃	H	화학식 4
1-m	N	--	CF ₃	H	H	H	H	F	H	화학식 4
1-q	C	H	H	CF ₃	H	H	OCH ₃	H	H	화학식 4
1-r	C	H	OCH ₃	H	H	H	H	CF ₃	H	화학식 4
1-s	C	H	H	H	H	F	H	F	H	화학식 4 및 화학식 5
1-t	C	H	H	CF ₃	H	H	F	H	F	화학식 5
1-u	C	H	H	CF ₃	H	F	H	F	H	화학식 5
1-v	C	H	H	CF ₃	H	H	H	F	H	화학식 5

<61>

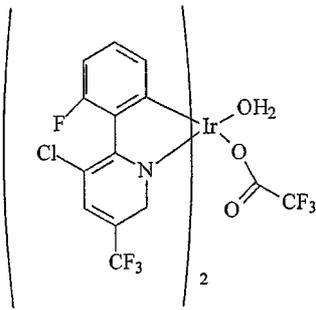
<62> 상기 화학식 2의 IrL^aL'^bL''_z의 화합물의 예는 하기 화학식 IV, V, VI, IX 및 X의 구조를 각각 갖는 화합물 1-n, 1-o, 1-p, 1-w 및 1-x를 포함한다.

화학식 IV



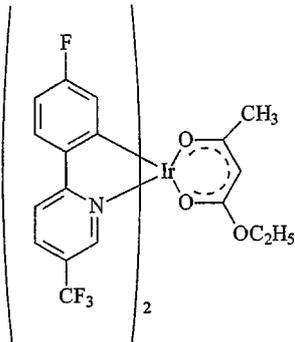
<63>

화학식 V



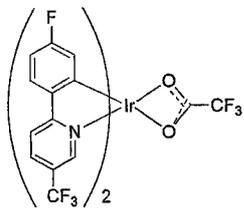
<64>

화학식 VI



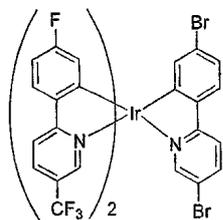
<65>

화학식 IX



<66>

화학식 X

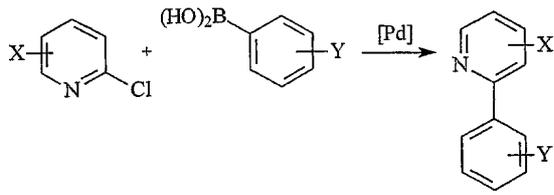


<67>

<68>

상기 화학식 3의 이리듐 착물 $IrL^aL^bL^c$ 은 일반적으로 적절한 치환된 2-페닐피리딘, 페닐피리미딘 또는 페닐퀴놀린으로부터 제조된다. 상기 화학식 II의 치환된 2-페닐피리딘, 페닐피리미딘 및 페닐퀴놀린은 문헌[O. Lohse, P. Thevenin, E. Waldvogel *Synlett*, 1999, 45-48]에 기재된 바와 같이 아틸보론산과 치환된 2-클로로피리딘, 2-클로로피리미딘 또는 2-클로로퀴놀린의 스즈키(Suzuki) 커플링을 사용하여 양호 내지는 우수한 수율로 제조된다. 이 반응을 피리딘 유도체 (X 및 Y는 치환체를 나타냄)에 대해 하기 반응식 1에 기재한다:

반응식 1



<69>

<70> 상기 화학식 II의 2-페닐피리딘 및 2-페닐피리미딘 화합물의 예를 하기 표 2에 기재한다:

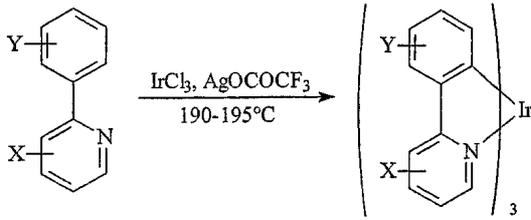
<71> <표 2>

화합물	A	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	R ₇	R ₈	R ₉
2-a	C	H	H	CF ₃	H	F	H	H	H	H
2-b	C	H	H	CF ₃	H	H	CF ₃	H	H	H
2-c	C	H	H	NO ₂	H	H	CF ₃	H	H	H
2-d	C	H	H	CF ₃	H	H	F	H	H	H
2-e	C	H	H	CF ₃	H	H	H	CH ₃ O	H	H
2-f	C	Cl	H	CF ₃	H	H	H	H	H	H
2-g	C	H	H	H	CH ₃	H	H	F	H	H
2-h	N	--	H	H	H	H	H	F	H	H
2-i	C	H	H	CF ₃	H	H	H	CF ₃ O	H	H
2-j	N	--	CF ₃	H	H	F	H	H	H	H
2-k	C	H	H	CF ₃	H	H	H	F	H	H
2-l	C	CF ₃	H	H	H	H	H	H	H	H
2-m	C	Cl	H	CF ₃	H	H	H	F	H	H
2-n	C	CF ₃	H	H	H	H	H	F	H	H
2-o	C	CF ₃	H	H	H	H	H	CH ₃ O	H	H
2-p	C	Cl	H	CF ₃	H	H	H	CH ₃ O	H	H
2-q	N	--	CF ₃	H	H	H	H	F	H	H
2-r	C	Cl	H	CF ₃	H	H	H	H	H	F
2-s	C	H	H	CF ₃	H	H	H	H	H	H
2-t	C	Cl	H	H	H	F	H	H	H	H
2-v	C	H	H	CF ₃	H	H	CH ₃ O	H	H	H
2-w	C	H	CH ₃ O	H	H	H	H	CF ₃	H	H
2-x	C	H	H	H	H	H	F	F	H	H
2-y	C	H	H	CF ₃	H	H	F	H	F	H
2-z	C	H	H	CF ₃	H	F	H	F	H	H
2-aa	C	H	H	Br	H	H	H	Br	H	H

<72>

<73> 상기 화학식 (III)을 갖는 치환된 2-페닐퀴놀린 화합물의 한 예는 화학식 2-u의 화합물로 여기서 R₁₇은 CF₃이고, R₁₀ 내지 R₁₆ 및 R₁₈ 내지 R₂₀은 H이다.

<74> 따라서, 2-페닐피리딘, 피리미딘 및 퀴놀린은 시클로메탈레이티드 이리듐 착물의 합성에 사용된다. 간편한 한 단계 방법이 상업적으로 구입할 수 있는 이리듐 수화물 및 실버 트리플루오로아세테이트를 사용하여 개발되었다. 반응은 일반적으로 과량의 2-페닐피리딘, 피리미딘, 또는 퀴놀린을 사용하여 용매 없이 3 당량의 AgOCOCF₃ 존재 하에서 수행된다. 이 반응은 하기 반응식 (2)의 2-페닐피리딘에 대해 예시된다.

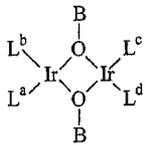


<75>

<76> 트리스-시클로메탈레이티드 이리듐 착물은 분리되고, 정제되고 또한 원소 분석, ¹H 및 ¹⁹F NMR 스펙트럼 데이터, 및 1-b, 1-c 및 1-e의 화합물의 경우, 단일 결정 X-선 회절로 완전히 특성분석된다. 일정한 경우, 이성질체의 혼합물이 얻어진다. 흔히 혼합물은 개별 이성질체를 분리하지 않고 사용될 수 있다.

<77> 상기 IrL^aL^bL^cL^d의 화학식 2의 이리듐 착물은 일정한 경우, 상기 IrL^aL^bL^c의 화학식 3의 화합물들을 제조하는 방법과 동일한 합성 방법을 사용하여 반응 혼합물로부터 분리될 수 있다. 또한, 착물은 먼저 하기 화학식 (VII)의 중간체 이리듐 이량체의 제조에 의해 제조될 수 있다:

화학식 VII



<78>

<79> [식에서,

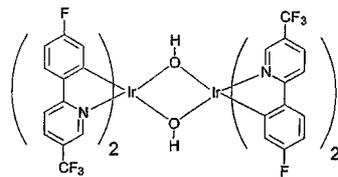
<80> B = H, CH₃, 또는 C₂H₅,

<81> L^a, L^b, L^c, 및 L^d는 각각 서로 동일하거나 또는 상이할 수 있으며, 각각의 L^a, L^b, L^c, 및 L^d는 상기 (I)의 구조를 가진다]

<82> 이리듐 이량체는 일반적으로 먼저 이리듐 트리클로라이드 수화물을 2-페닐피리딘, 페닐피리미딘 또는 페닐퀴놀린과 반응시키고, NaOB를 첨가하여 제조될 수 있다.

<83> 특히 유용한 한 이리듐 이량체는 하기 화학식 (VIII)의 히드록소 이리듐 이량체이다:

화학식 VIII

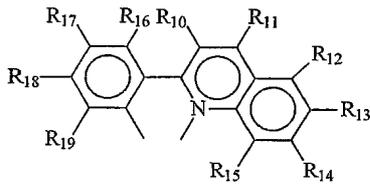


<84>

<85> 이 중간체는 에틸 아세토아세테이트의 첨가에 의해 1-d의 화합물을 제조하기 위해 사용될 수 있다.

<86> 특히 중요한 것은 가시광선 스펙트럼 내에서 적색-오렌지에 대해 570 내지 625 nm 및 적색에 대해 625 내지 700 nm에서 최대 방출을 갖는 착물이다. L이 상기 화학식 (III)의 페닐퀴놀린 화합물로부터 유래하는 하기 화학식 (XI)의 구조를 가지거나, 또는 L이 페닐-이소퀴놀린 화합물로부터 유래하는 하기 화학식 (XII)의 구조를 가질 때 화학식 2 및 3의 착물의 최대 방출이 적색으로 이동한다는 것이 밝혀졌다:

화학식 XI

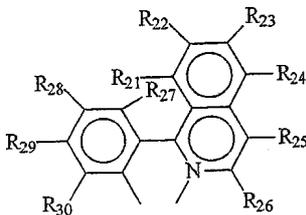


<87>

<88> [식에서,

<89> 하나 이상의 R₁₀ 내지 R₁₉는 F, C_nF_{2n+1}, OC_nF_{2n+1}, 및 OCF₂X으로부터 선택되고, 여기서, n은 1 내지 6의 정수이고, X는 H, Cl, 또는 Br 임]

화학식 XII



<90>

<91> [식에서,

<92> 하나 이상의 R₂₁ 내지 R₃₀은 F, C_nF_{2n+1}, OC_nF_{2n+1}, 및 OCF₂X으로부터 선택되고, 여기서, n은 1 내지 6의 정수이고, X는 H, Cl, 또는 Br 임]

<93> 또한, 본 발명의 리간드는 탄소 원자 12개 이하의 퍼플루오로알킬 및 퍼플루오로알콕시 치환기를 가질 수 있다.

<94> 화학식 2에서, 착물 중의 L' 및 L" 리간드는 상기에서 열거된 임의의 것 중에서 선택될 수 있으며, 바람직하게는 전체 분자가 변화하지 않도록 선택된다. 바람직하게는, z는 0이고, L'는 두자리 일가음이온계 리간드이고, 이는 페닐피리딘, 페닐피리미딘, 또는 페닐퀴놀린이다.

<95> 바람직하지는 않지만, 화학식 2의 착물은 또한 L이 상기 화학식 (I)의 구조의 페닐피리딘 리간드이고, L'가 두자리 히드록시 히드록시퀴놀린 리간드일 때 적색으로 이동하는 최대 방출을 갖는다.

<96> L^a가 L^b와 동일하고, L'가 두자리 리간드이며, y가 1이고, z가 0인 화학식 2의 화합물 및 L^a, L^b, 및 L^c가 동일한 화학식 3의 화합물의 예를 하기 표 8에 제시한다. L이 상기 화학식 (I)의 구조일 때, A는 C이다. 이 표에서, "acac"는 2,4-펜탄디오네이트를 나타내고; "8hq"는 8-히드록시퀴놀리네이트를 나타내고; "Me-8hq"는 2-메틸-8-히드록시퀴놀리네이트를 나타낸다.

<표 8>

화합물	착물 화학식	리간드 구조식	R 치환체	L'
8-a	화학식 2	I	R ₃ = CF ₃ R ₇ = F	Me-8hq
8-b	화학식 2	I	R ₃ = CF ₃ R ₇ = F	8hq
8-c	화학식 2	XI	R ₁₈ = CF ₃	acac
8-d	화학식 2	XII	R ₂₉ = CF ₃	acac
8-e	화학식 2	XII	R ₂₈ = CF ₃	acac
8-f	화학식 2	XII	R ₂₉ = F	acac
8-g	화학식 2	XII	R ₂₇ = F R ₂₉ = F	acac
8-h	화학식 2	XII	R ₂₇ = F R ₂₉ = F R ₃₀ = F	acac
8-i	화학식 2	XII	R ₂₈ = F R ₂₉ = F R ₃₀ = F	acac
8-j	화학식 2	XII	R ₂₈ = F R ₃₀ = F	acac
8-k	화학식 2	XII	R ₂₉ = C ₈ F ₁₇	acac
8-l	화학식 3	XII	R ₂₉ = CF ₃	-
8-m	화학식 3	XII	R ₂₈ = F R ₂₉ = F R ₃₀ = F	-
8-n	화학식 3	XII	R ₂₇ = F R ₂₉ = F R ₃₀ = F	-
8-o	화학식 3	XII	R ₂₇ = F R ₂₉ = F	-
8-p	화학식 3	XII	R ₂₈ = CF ₃	-
8-q	화학식 3	XII	R ₂₈ = F R ₃₀ = F	-
8-r	화학식 2	XII	R ₂₇ = F R ₂₉ = F	acac
8-s	화학식 2	XII	R ₂₉ = OCF ₃	acac

<97>

<98> 표 8의 착물은 약 590 내지 650 nm 범위의 최대 방출을 갖는다.

<99> 특히 중요한 것은, 약 450 내지 500 nm의 가시광선 스펙트럼의 청색 영역 내에서 최대 방출을 갖는 착물이다. L^a 및 L^b가 페닐-피리딘 리간드이고, 포스핀, 이소니트릴 및 일산화탄소로부터 선택된 추가 리간드를 갖는 화학식 2의 화합물이 착물일 때, 착물의 광전발광 및 전자발광이 청색으로 이동한다는 것이 밝혀졌다. 적합한 착물은 하기 화학식 6을 갖는다.

화학식 6

<100> IrL^aL^bL'"

<101> [식에서,

<102> L'은 포스핀, 이소니트릴 및 일산화탄소로부터 선택되고;

<103> L'"는 F, Cl, Br, 및 I로부터 선택되고;

<104> L^a 및 L^b는 동일하거나 상이하고, 각각의 L^a 및 L^b는 상기 화학식 (I)의 구조를 가지며, 여기서 R₁ 내지 R₈은 독

립적으로 알킬, 알콕시, 할로젠, 니트로, 시아노, 플루오로, 플루오르화된 알킬 및 플루오르화된 알콕시로부터 선택되고, 하나 이상의 R₁ 내지 R₈은 F, C_nF_{2n+1}, OC_nF_{2n+1} 및 OCF₂X로부터 선택되고, 여기서, n은 1 내지 6의 정수이고, X는 H, Cl, 또는 Br이며, 또한,

<105> A는 C임]

<106> 화학식 6 내의 포스핀 리간드는 바람직하게는 하기 화학식 7을 갖는다:

화학식 7

<107> P(Ar)₃

<108> [식에서,

<109> Ar은 방향족기, 바람직하게는 페닐기이고, 이는 알킬 또는 아릴 치환기를 가질 수 있다. 가장 바람직하게는, Ar기는 하나 이상의 플루오르 또는 플루오르화된 알킬 치환기를 갖는 페닐기이다. 적합한 포스핀 리간드는 화합물 트리페닐포스핀 [PPh₃] 및 트리스[3,5-비스(트리플루오르메틸)페닐]포스핀 [Pt_mPh₃] 을 포함한다 (괄호 안은 약어).

<110> 일부 포스핀 화합물들은 상업적으로 구입할 수 있거나, 또는 임의의 다수의 공지된 합성 방법, 예를 들어, PCl₃ 또는 기타 P-친전자체의 유기리튬 또는 유기마그네슘 화합물을 사용한 알킬화 또는 아릴화 방법으로 제조될 수 있다.

<111> 화학식 6의 이소니트릴 리간드는 바람직하게는 방향족기 상에 이소니트릴 치환기를 갖는다. 적합한 이소니트릴 리간드는 2, 6-디메틸페닐 이소시아나이드 [NC-1], 3-트리플루오로메틸페닐 이소시아나이드 [NC-2], 및 4-톨루엔술폰메틸 이소시아나이드 [NC-3]를 포함한다 (괄호 안은 약어).

<112> 일부 이소니트릴 화합물은 상업적으로 구입할 수 있다. 이들은 또한 공지의 방법, 예를 들어, 일차 아민 존재 하에서 클로로포름 및 염기로부터 디클로로카르벤이 생성되는 호프만 반응을 사용하여 제조될 수 있다.

<113> 바람직하게는 화학식 6에서 L'는 염소이다. 바람직하게는 L^a는 L^b와 동일하다.

<114> L^a가 L^b와 동일하고, L'가 염소인 화학식 6의 화합물의 예를 하기 표 9에 제시하였으며, 여기서 R₁ 내지 R₈은 상기 화학식 (I) 구조에서 제시된 바와 같다.

<115> <표 9>

화합물	L'	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	R ₇	R ₈
9-a	NC-1	H	CH ₃	H	H	F	H	F	H
9-b	NC-1	H	H	CH ₃	H	F	H	F	H
9-c	NC-1	H	H	H	H	F	H	F	H
9-d	NC-1	H	H	H	H	H	CF ₃	H	H
9-e	NC-1	H	CH ₃	H	H	H	CF ₃	H	H
9-f	NC-1	H	H	CF ₃	H	H	H	F	H
9-g	NC-1	H	H	CF ₃	H	H	CF ₃	H	H
9-h	NC-2	H	H	H	H	H	CF ₃	H	H
9-i	NC-3	H	H	CF ₃	H	H	H	F	H
9-j	PPh ₃	H	H	CF ₃	H	H	H	F	H

<116>

화합물	L'	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	R ₇	R ₈
9-k	PtmPh3	H	H	CF ₃	H	H	H	F	H
9-l	CO	H	H	CF ₃	H	H	H	F	H

<117>

<118> NC-1는 2,6-(CH₃)₂C₆H₃NC;

<119> NC-2는 3-CF₃C₆H₄NC;

<120> NC-3는 4-CH₃C₆H₄SO₂CH₂NC;

<121> PPh₃는 P(C₆H₅)₃

<122> PtmPh3는 (Ar_i)₃P, 여기서 Ar_i= 3,5-(CF₃)₂C₆H₃;

<123> 표 9의 착물들은 약 450 내지 550 nm 범위의 최대 방출을 갖는다.

<124> 전자 장치

<125> 또한, 본 발명은 두 개 이상의 전기 접촉층 사이에 위치한 하나 이상의 광활성층을 포함하는 전자 장치에 관한 것으로, 여기서 장치의 하나 이상의 층은 본 발명의 이리듐 착물을 포함한다. 장치는 흔히 추가의 정공(hole) 수송층 및 전자 수송층을 갖는다. 전형적인 구조를 도 1에 나타내었다. 장치 (100)은 양극층 (110) 및 음극층 (150)을 갖는다. 양극층에 인접한 것은 정공 수송 물질을 포함하는 층 (120)이다. 음극층에 인접한 것은 전자 수송 물질을 포함하는 층 (140)이다. 정공 수송층 및 전자 수송층 사이에는 광활성층 (130)이 있다. 층 (120), (130) 및 (140)은 개별적으로 및 집합적으로 활성층으로 지칭된다.

<126> 장치 (100)의 응용에 따라, 광활성층 (130)은 인가 전압 (예를 들어, 광-방출 다이오드 또는 광-방출 전기화학 적 셀)에 의해 활성화될 수 있는 광-방출층일 수 있으며, 물질층은 방사능 에너지에 응답하고, 인가 바이어스 전압 (예를 들어, 광검출기)과 함께 또는 인가 바이어스 전압 없이 시그널을 방출한다. 광검출기의 예는 광전 도셀, 포토레지스터, 광스위치, 광트랜지스터 및 광전관 및 광전지를 포함하고, 이들 용어들은 문헌 [Markus, John, Electronics and Nucleonics Dictionary, 470 and 476 (McGraw-Hill, Inc. 1966)]에 기술되어 있다.

<127> 본원발명의 이리듐 화합물은 층 (130) 내의 광활성 물질 또는 층 (140) 내의 전자 수송 물질로서 특히 유용하다. 바람직하게는, 본원발명의 이리듐 착물은 다이오드 내에서 광-방출 물질로 사용된다. 이들 응용에서, 본원발명의 플루오르화된 화합물은 효력을 갖기 위해 고형 매트릭스 희석제 중에 존재할 필요는 없다. 층의 전체 중량 기준으로 20 중량% 초과 100 중량% 이하의 이리듐 화합물을 갖는 층이 방출층으로 사용될 수 있다. 이는 방출층 내에 6 내지 8 중량% 양만이 존재할 때 최대 효율을 달성하는 것으로 밝혀진 플루오르화되지 않은 이리듐 화합물인 화학식 (III)의 트리스(2-페닐피리딘) 이리듐과 대조된다. 이는 자가-퀀칭 효과를 감소시키기 위해 필요하였다. 이리듐 화합물을 갖는 방출층 내에 추가 물질들이 존재할 수 있다. 예를 들어, 방출색을 변화시키기 위해 형광 염료가 존재할 수 있다. 또한, 희석제가 첨가될 수 있다. 희석제는 중합체 물질, 예를 들어, 폴리(N-비닐 카르바졸) 및 폴리실란일 수 있다. 또한, 소분자, 예를 들어, 4,4'-N,N'-디카르바졸 비페닐 또는 3차 방향족 아민일 수 있다. 희석제가 사용될 경우, 일반적으로 이리듐화합물은 층의 총 중량 기준으로 일반적으로 20 중량% 미만, 바람직하게는 10 중량% 미만의 소량으로 존재한다.

<128> 일정한 경우, 이리듐 착물은 하나 이상의 이성질체 형태로 존재할 수 있거나, 또는 상이한 착물의 혼합물이 존재할 수 있다. 상기 OLED의 논의에서, "이리듐 화합물"이란 용어는 화합물 및(또는) 이성질체의 혼합물을 포함하는 것을 의도하는 것으로 이해될 것이다.

<129> 고효율의 LED를 달성하기 위해, 정공 수송 물질의 HOMO (최대 점유 분자 오비탈)은 양극의 일함수와 조정되어야 하고, 전자 수송 물질의 LUMO (최소 비점유 분자 오비탈)은 음극의 일함수와 조정되어야 한다. 또한, 물질의 화학적 상용성 및 승화 온도가 전자 및 정공 수송 물질 선택에 있어 중요하게 고려된다.

<130> OLED의 다른 층들이 이 같은 층들로 유용한 것으로 공지된 임의의 물질로 제조될 수 있다. 양극 (110)은 (+)

하전 캐리어를 분사하는 데 특히 효과적인 전극이다. 이는 예를 들어, 금속, 혼합 금속, 합금, 산화금속 또는 혼합-산화 금속을 함유하는 물질로 제조될 수 있거나, 또는 전도성 중합체일 수 있다. 적합한 금속은 11족의 금속, 4, 5 및 6족의 금속 및 8 내지 10족의 전이금속을 포함한다. 양극이 광-전송성이어야 한다면, 12, 13 및 14족 금속의 혼합-산화 금속, 예를 들어, 이리듐-주석-산화물이 일반적으로 사용된다. 전체적으로 IUPAC 명명 체계가 사용되었으며, 여기서 주기율표의 족들은 왼쪽에서부터 오른쪽으로 1 내지 18로 번호를 번호를 매긴다 (CRC Handbook of Chemistry and Physics, 81st Edition, 2000). 또한, 양극 (110)은 문헌 ["Flexible light-emitting Diodes made from soluble conducting polymer," Nature vol. 357, pp 477-479 (11 June 1992)]에 기술된 것과 같은 폴리아닐린과 같은 유기 물질을 포함한다. 하나 이상의 양극 및 음극은 최소한 부분적으로 투명하여서 생성되는 빛이 관찰될 수 있도록 하여야 한다.

<131> 층 (120)의 정공 수송 물질의 예는 예를 들어, 문헌 [Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, Fourth Edition, Vol. 18, p. 837-860, 1996, by Y. Wang]에 요약되어 있다. 정공 수송 분자 및 중합체 모두가 사용될 수 있다. 일반적으로 사용되는 정공 수송 분자는 N,N'-디페닐-N,N'-비스(3-메틸페닐)-[1,1'-비페닐]-4,4'-디아민(TPD), 1,1-비스[(디-4-톨일아미노)페닐] 시클로hex산(TAPC), N,N'-비스(4-메틸페닐)-N,N'-비스(4-에틸페닐)-[1,1'-(3,3'-디메틸)비페닐]-4,4'-디아민(ETPD), 테트라키스-(3-메틸페닐)-N,N,N',N'-2,5-페닐렌디아민 (PDA), a-페닐-4-N,N-디페닐아미노스티렌(TPS), p-(디에틸아미노)벤즈알데히드 디페닐히드라존(DEH), 트리페닐아민(TPA), 비스[4-(N,N-디에틸아미노)-2-메틸페닐] (4-메틸페닐)메탄(MPMP), 1-페닐-3-[p-(디에틸아미노)스티릴]-5-[p-(디에틸아미노) 페닐]피라졸린 (PPR 또는 DEASP), 1,2-트랜스-비스(9H-카르바졸-9-일)시클로부탄(DCZB), N,N,N',N'-테트라키스(4-메틸페닐)-(1,1'-비페닐)-4,4'-디아민(TTB), 및 포르프린계 화합물, 예를 들어, 구리 프탈로시아닌이다. 흔히 사용되는 정공 수송 중합체는 폴리비닐카르바졸, (페닐메틸)폴리실란 및 폴리아닐린이다. 또한, 상기에서 언급된 것과 같은 정공 수송 분자를 폴리스티렌 및 폴리카르보네이트와 같은 중합체 층으로 도핑하여 정공 수송 중합체를 획득하는 것도 가능하다.

<132> 층 (140)의 전자 수송 물질의 예는 금속 착물화된 옥시노이드 화합물, 예를 들어, 트리스(8-히드록시퀴놀레이토)알루미늄(Alq₃); 페난트롤린-기재 화합물, 예를 들어, 2,9-디메틸-4,7-디페닐-1,10-페난트롤린 (DDPA) 또는 4,7-디페닐-1,10-페난트롤린 (DPA), 및 아졸 화합물, 예를 들어, 2-(4-비페닐일)-5-(4-t-부틸페닐)-1,3,4-옥사디아졸(PBD) 및 3-(4-비페닐일)-4-페닐-5-(4-t-부틸페닐)-1,2,4-트리아졸(TAZ)을 포함한다. 층 (140)은 전자 수송을 용이하기 위해서 작용할 수 있으며, 또한, 완충층 또는 층의 계면에서 엑시톤의 켄칭을 방지하기 위한 제한층으로도 작용할 수 있다. 바람직하게는, 이 층은 전자 이동을 촉진하고, 엑시톤 켄칭을 감소시킨다.

<133> 음극 (150)은 전자 또는 (-) 하전의 캐리어를 분사하는 데 특히 효과적인 전극이다. 음극은 양극보다 낮은 일함수를 갖는 임의의 금속 또는 비금속일 수 있다. 음극의 물질은 1족의 알칼리 금속 (예를 들어, Li, Cs), 2족 (알칼리 토) 금속, 희토 원소 및 란타넘 원소, 및 액티나이드를 포함하는 12족 금속으로부터 선택될 수 있다. 알루미늄, 인듐, 칼슘, 바륨, 사마륨 및 마그네슘과 같은 물질과 아울러 이들 조합이 사용될 수 있다. 또한, Li-함유 유기금속성 화합물이 작동 전압을 낮추기 위해 유기층과 음극층 사이에 침전될 수 있다.

<134> 유기 전자 장치 내에 다른 층들을 포함할 수 있다는 것이 공지되어 있다. 예를 들어, (+) 전하 수송 및(또는) 밴드-갭 (band-gap) 매칭을 용이하게 하기 위해, 또는 보호층으로 작용하기 위해 전도성 중합체층 (120)과 활성층 (130) 사이에 층 (나타내지 않음)이 있을 수 있다. 유사하게, (-) 전하 수송 및(또는) 밴드-갭 매칭을 용이하게 하기 위해, 또는 보호층으로 작용하기 위해 활성층 (130)과 음극층 (150) 사이에 추가 층 (나타내지 않음)이 있을 수 있다. 당업계에 공지된 층들이 사용될 수 있다. 아울러, 상기에서 기술된 임의의 층들이 두 개 이상의 층으로 제조될 수 있다. 별법으로, 무기 양극층 (110), 전도성 중합체층 (120), 활성층 (130) 및 음극층 (150)의 일부 또는 전부는 하전 캐리어 수송 효율을 증가시키기 위해 표면 처리될 수 있다. 각각의 성분층의 물질의 선택은 바람직하게는 장치 제공의 목적과 높은 장치 효율의 균형을 맞춰 결정된다.

<135> 각각의 기능층은 하나 이상의 층으로 제조될 수 있다.

<136> 장치는 개별층들을 적합한 기판 상에 순차적으로 증착하여 제조될 수 있다. 유리 및 중합체 필름과 같은 기판이 사용될 수 있다. 열 증착, 화학적 증착 등과 같은 통상적인 증착 기술이 사용될 수 있다. 별법으로, 유기층이 용액 또는 적합한 용매 중의 분산액으로부터 통상의 코팅 기술을 사용하여 코팅될 수 있다. 일반적으로, 서로 다른 층들은 하기 범위의 두께를 가질 것이다: 양극 (110), 500 내지 5000 Å, 바람직하게는 1000 내지 2000 Å; 정공 수송층 (120), 50 내지 1000 Å, 바람직하게는 200 내지 800 Å; 광-방출층 (130), 10 내지 1000 Å, 바람직하게는 100 내지 800 Å; 전자 수송층 (140), 50 내지 1000 Å, 바람직하게는 200 내지 800 Å;

음극 (150), 200 내지 10000 Å, 바람직하게는 300 내지 5000 Å. 장치 내의 전자-정공 재조합 대역의 위치 및 장치의 방출 스펙트럼은 각각의 층의 상대적인 두께에 의해 영향을 받는다. 따라서, 전자-수송층의 두께는 전자-정공 재조합 대역이 광-방출층이 되도록 선택되어야 한다. 목적한 층 두께의 비율은 사용된 물질의 정확한 성질에 따라 달라질 것이다.

<137> 본원발명의 이리듐 화합물로 제조된 장치의 효율은 장치 내의 다른 층들을 최적화하여 보다 개선될 수 있다. 예를 들어, Ca, Ba 또는 LiF와 같은 보다 효과적인 음극이 사용될 수 있다. 또한, 성형 기관 및 작동 전압의 감소 또는 양자 효율의 증가를 가져오는 신규한 정공 수송 물질을 사용할 수 있다. 또한, 다양한 층들의 에너지 수준을 조정하고, 전자발광을 용이하게 하기 위해 추가 층들이 첨가될 수 있다.

<138> 본원발명의 이리듐 착물은 흔히 인광체이고, 또한 광전발광이며, OLED 이외의 응용에 유용할 것이다. 예를 들어, 이리듐의 유기금속 착물은 산소 감응성 지시약으로, 생물학적검정에서 인광체 지시약으로, 또한 촉매로서 사용되어 왔다. 비스 시클로메탈레이티드 착물은 제3 리간드가 동일하거나 또는 상이한 트리스 시클로메탈레이티드 착물을 합성하기 위해 사용될 수 있다.

실시예

<139> 하기 실시예들은 본 발명의 특징 및 이점을 예시한다. 이들은 본 발명을 예시하기 위한 것이며, 제한하기 위한 것이 아니다. 모든 퍼센트는 달리 기술되지 않는 한 중량 기준이다.

<140> 실시예 1

<141> 이 실시예는 이리듐 화합물을 형성하는데 사용되는 2-페닐피리딘 및 2-페닐피리미딘의 제조를 예시한다.

<142> 사용된 일반적인 과정은 문헌[O. Lohse, P.Thevenin, E. Waldvogel Synlett, 1999, 45-48]에 기술되어 있다. 일반적인 실험에서, 탈기된 물 200ml, 탄산 칼륨 20g, 1,2-디메톡시에탄 150ml, Pd(PPh₃)₄ 0.5g, 치환된 2-클로로피리딘(퀴놀린 또는 피리미딘) 0.05 mol 및 치환된 페닐보론산 0.05mol의 혼합물을 16 내지 30시간 동안 80-90℃에서 환류시켰다. 생성된 반응 혼합물을 물 300ml를 이용하여 희석시키고, CH₂Cl₂(2 x 100ml)를 이용하여 추출시켰다. 합친 유기층을 MgSO₄상에서 건조시키고, 용매를 진공으로 제거시켰다. 액체 생성물을 분별 진공 증류를 이용하여 정제하였다. 고체 물질을 헥산으로부터 재결정화시켰다. 단리된 물질의 일반적인 순도는 98%를 초과하였다. 출발 물질, 수율, 신규 물질의 용점 및 비점을 표 3에 제시하였다. NMR 데이터 및 분석 데이터를 표 4에 제시하였다.

<143> <표 3>

<144> 2-페닐 피리딘, 페닐피리미딘 및 페닐퀴놀린의 제조

화합물	수율(%)	B.p./ mm Hg (m.p.)(단위 : ℃)
2-s	70	---
2-a	72	---
2-b	48	---
2-u	75	(76-78)
2-c	41	(95-96)
2-d	38	(39-40)
2-e	55	74.5/0.1
2-g	86	71-73/0.07
2-t	65	77-78/0.046
2-k	50	(38-40)
2-m	80	72-73/0.01
2-f	22	52-33/0.12
2-v	63	95-96/13
2-w	72	
2-x	35	61-62/0.095
2-y	62	(68-70)
2-z	42	66-67/0.06 (58-60)
2-aa	60	

<145>

<146> <표 4>

<147>

2-페닐 피리딘, 페닐피리미딘 및 페닐퀴놀린의 성질

화합물	¹ H NMR	¹⁹ F NMR	분석 %, 실측치(계산치) 또는 MS(M ⁺)
2-s	7.48(3H), 7.70(1H), 7.83(1H), 7.90(2H), 8.75(1H)	-62.68	C, 64.50 (64.57) H, 3.49 (3.59) N, 6.07 (6.28)
2-a	7.19(1H), 7.30(1H), 7.43(1H), 7.98(2H), 8.07(1H), 9.00(1H)	-60.82 (3F, s), -116.96 (1F, m)	C, 59.56 (59.75) H, 3.19 (2.90) N, 5.52 (5.81)
2-b	7.58(1H), 7.66(1H), 7.88(1H), 8.03(1H), 8.23(1H), 8.35(1H), 8.99(1H)	-62.75 (3F, s), -63.10 (3F, s)	C, 53.68 (53.60) H, 2.61 (2.40) N, 4.53 (4.81)
2-u	7.55(1H), 7.63(1H), 7.75(2H), 7.89(2H), 8.28(2H), 8.38(1H), 8.50(1H)	-62.89 (s)	C, 69.17 (70.33) H, 3.79 (3.66) N, 4.88 (5.12)

<148>

<149>

<표 4(계속)>

화합물	¹ H NMR	¹⁹ F NMR	분석 %, 실측치(계산치) 또는 MS(M ⁺)
2-c	7.53(1H), 7.64(1H), 7.90(1H), 8.18(1H), 8.30(1H), 8.53(1H), 9.43(1H)	-62.14 (s)	C, 53.83 (53.73) H, 2.89 (2.61) N, 9.99 (10.44)
2-d	7.06(1H), 7.48(1H), 7.81(3H), 8.01(1H), 8.95(1H),	-62.78 (3F, s), -112.61 (1F, m)	C, 59.73 (59.75) H, 2.86 (2.90) N, 5.70 (5.81)

<150>

2-e	3.80(3H), 6.93(2H), 7.68(1H), 7.85(1H), 7.96(2H), 8.82(1H),	-62.63 (s)	C, 61.66 (61.90) H, 3.95 (4.04) N, 5.53 (5.38)
2-g	2.70(3H), 7.10(3H), 7.48(1H), 7.60(1H), 8.05(2H),	-114.03 (m)	C, 76.56 (77.00) H, 5.12 (5.30) N, 5.43 (7.50)
2-t	7.10(2H), 7.35(2H), 7.96(1H), 8.78(1H),	-62.73 (3F, s) -113.67 (1F, m)	C, 50.51 (52.17) H, 1.97 (2.17) N, 5.09 (5.07)
2-k	7.08(2H), 7.62(1H), 7.90(3H), 8.80(1H),	-62.75 (3F, s) -111.49 (m)	C, 60.39 (59.75), H, 3.38 (2.90) N, 5.53 (5.51)
2-m	7.10(2H), 7.80(2H), 8.00(1H), 8.75(1H),	-62.63 (3F, s) -111.24 (m)	C, 52.13 (52.17) H, 2.16 (2.17) N, 4.85 (5.07)

<151>

<152>

<표 4(계속)>

화합물	¹ H NMR	¹⁹ F NMR	분석 %, 실측치(계산치) 또는 MS(M ⁺)
2-f	7.55(3H), 7.77(2H), 8.06(1H), 8.87(1H)	-62.57(s)	257(M ⁺ , C ₁₂ H ₇ F ₃ ClN ⁺), 222(M-Cl)
2-v	3.8(3H), 6.95(1H), 7.30(1H), 7.50(1H), 7.58(1H), 7.75(1H), 7.90(1H), 8.87(1H)	-62.70 ppm	C, 61.66 (61.37), H, 3.98 (3.67), N, 5.53 (5.48)

<153>

2-w	8.54 (1H, d), 8.21 (2H, d), 7.70 (2H, d), 7.24 (1H, s), 6.82 (1H, dd), 3.91 (3H, s)	-63.08 (3F, s)
2-x	6.9 (2H, m), 7.18 (2H,m), 7.68 (2H, m), 7.95(1H, m), 8.65(1H, m);	-109.70 (1F, m), -113.35(1F, m).
2-y	6.94(1H), 7.62(2H), 7.82(1H), 8.03(1H), 8.96(1H);	-62.72 (3F, s), -109.11 (2F, m)
2-z	6.85(1H), 6.93(1H), 7.80, 7.90, 8.05(3H), 8.89(1H);	-62.80 (3F, s), -107.65 (1F, m), -112.45(1F, m).
2-aa	7.70(3H,m), 7.85(3H, m), 7.80, 7.90, 8.85(1H,m).	

<154>

<155> 실시예 2

<156> 이 실시예는 상기 화학식 4 fac-Ir(L^a)₃의 이리듐 화합물의 제조를 예시한다.

<157> 일반적인 실험에서, IrCl₃.nH₂O(53-55% Ir), AgOCOCF₃(Ir 당 3.1 당량), 2-아릴피리딘(과량) 및 임의로 소량의 물의 혼합물을 180-195°C에서(오일 배쓰) 2 내지 8시간 동안 N₂하에서 격렬하게 교반시켰다. 생성된 혼합물을 CH₂Cl₂를 이용하여 추출물이 무색이 될 때 까지 충분히 추출시켰다. 추출물을 실리카 컬럼을 통해 여과시켜 투명한 황색 용액을 얻었다. 이 용액을 증발시켜 잔류물을 얻었고, 이를 메탄올을 이용하여 처리하여 유색 결정질의 트리스-고리금속화 Ir 착물을 얻었다. 착물을 여과에 의해 분리시키고, 메탄올을 이용하여 세척하고, 진공하에서 건조시키고, 임의로 결정화, 진공 승화 또는 속스레(Soxhlet) 추출에 의해 정제하였다. 수율: 10-82% 모든 물질을 NMR 분광분석 데이터 및 기초 분석에 의해 특징을 나타내고, 생성물을 하기 표 5에 제시하였다. 단일 결정 엑스레이 구조를 일련의 3개의 착물에 대해 얻었다.

<158> 화합물 1-b

<159> IrCl₃.nH₂O(54% Ir;508 mg), 2-(4-플루오로페닐)-5-트리플루오로메틸피리딘, 화합물 kk(2.20g), AgOCOCF₃(1.01g) 및 물 (1ml)의 혼합물을 185°C까지 서서히(30분) 증가시키면서(오일 배쓰) N₂의 주입하에서 격렬히 교반시켰다. 185-190°C에서 2시간 후에 혼합물이 고화되었다. 혼합물을 실온이하로 냉각시켰다. 고체는 추출물이 무색이 될 때 까지 디클로로메탄을 이용하여 추출하였다. 합친 디클로로메탄 용액을 쇼트 실리카 컬럼을 통해 여과시키고, 증발시켰다. 메탄올(50ml)을 잔류물로 첨가시킨 후, 플라스크를 -10°C에서 밤새 놓아두었다. 트리스-고리금속화 착물, 화합물 b의 황색 침전물을 분리시키고, 메탄올을 이용해서 세척시키고, 진공하에서 건조시켰다. 수율: 1.07g(82%). 착물의 엑스레이 결정성을 1,2-디클로로에탄 중에서 따뜻한 용액을 천천히 냉각시킴으로써 얻었다.

<160> 화합물 1-e

<161> IrCl₃.nH₂O(54% Ir;504mg), 2-(3-트리플루오로메틸페닐)-5-트리플루오로메틸피리딘(화합물 bb)(1.60g) 및 AgOCOCF₃(1.01g)의 혼합물을 온도를 192°C로 서서히(15분 동안) 올리면서(오일 배쓰) N₂ 주입하에서 격렬히 교반시켰다. 190 내지 195°C에서 6시간 후, 혼합물이 고화되었다. 혼합물을 실온 미만으로 냉각시켰다. 고체를 실리카 컬럼상에서 정치시키고, 이어서, 대량의 디클로로메탄을 이용하여 세척하였다. 여액을 증발시킨 후, 잔류물을 메탄올을 이용하여 처리하여 황색 고체를 얻었다. 고체를 수거하고, 25ml 마이크로-속스레 추출기 중에

서 디클로로메탄을 이용하여 추출에 의해 정제하였다. 트리스-시클로메탈레이트 착물의 황색 침전물(화합물 e)을 분리시키고, 메탄올을 이용하여 세척하고, 진공하에서 건조시켰다. 수율: 0.59g(39%). 착물의 엑스레이 결정성을 고온의 1,2-디클로로에탄으로부터 얻었다.

<162> 화합물 1-d

<163> $\text{IrCl}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (54% Ir; 508mg), 2-(2-플루오로페닐)-5-트리플루오로메틸피리딘(화합물 aa)(1.53g) 및 AgOCoCF_3 (1.01g)의 혼합물을 N_2 의 주입하에서 190-195°C(오일 배쓰)에서 6시간 15분 동안 격렬히 교반시켰다. 혼합물을 실온이하로 냉각시키고, 이어서, 고온의 1,2-디클로로에탄을 이용하여 추출시켰다. 추출물을 쇼트(short) 실리카 컬럼을 통해 여과시키고, 증발시켰다. 메탄올(20ml)를 이용하여 잔류물을 처리하여 목적 생성물(화합물 d)의 침전물을 얻었고, 이를 여과기에 의해 분리시키고, 메탄올을 이용하여 세척하고, 진공하에서 건조시켰다. 수율: 0.63g(49%). 착물의 엑스레이 결정성을 디클로로메탄/메탄올로부터 얻었다.

<164> 화합물 1-i

<165> $\text{IrCl}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (54% Ir; 503mg), 2-(4-트리플루오로메톡시페닐)-5-트리플루오로메틸피리딘(화합물 ee)(2.00g) 및 AgOCoCF_3 (1.10g)의 혼합물을 2시간 45분 동안 190-195°C에서(오일 배쓰) N_2 주입하에서 격렬히 교반시켰다. 혼합물을 실온이하로 냉각시키고, 이어서, 디클로로메탄을 이용하여 추출하였다. 추출물을 쇼트 실리카 컬럼을 통해 여과시키고, 증발시켰다. 잔류물을 메탄올(20ml)을 이용하여 처리하여 목적 생성물(화합물 i)의 침전물을 얻고, 이를 여과에 의해 분리시키고, 메탄올을 이용하여 세척하고, 진공하에서 건조시켰다. 수득량은 0.86g이었다. 또한, 착물 0.27g을 원액을 증발시키고, 페트롤륨 에테르를 잔류물로 첨가시킴에 의해 얻었다. 총괄 수율: 1.13g(72%).

<166> 화합물 1-q

<167> $\text{IrCl}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (54% Ir; 530mg), 2-(3-메톡시페닐)-5-트리플루오로메틸피리딘 (2.50g), AgOCoCF_3 (1.12g) 및 물(1ml)의 혼합물을 온도가 185°C로 서서히(30분 동안) 올리면서(오일 배쓰) N_2 주입하에서 격렬히 교반시켰다. 185°C에서 1시간 후, 혼합물이 고화되었다. 혼합물을 실온으로 냉각시켰다. 고체를 디클로로메탄을 이용하여 추출물이 무색이 될 때 까지 추출하였다. 합친 디클로로메탄 용액을 쇼트 실리카 컬럼을 통해 여과시키고, 증발시켰다. 잔류물을 헥산을 이용하여 세척하고, 이어서, 1,2-디클로로에탄-헥산으로부터 재결정화시켰다(2회). 수율:0.30g.

<168> ^{19}F NMR(CD_2Cl_2 , 20°C), δ : -63(s). ^1H NMR(CD_2Cl_2 , 20°C), δ : 8.1(1H), 7.9(1H), 7.8(1H), 7.4(1H), 6.6(2H), 4.8(3H).

<169> 착물의 엑스레이 결정성(1,2-디클로로에탄, 헥산 용매화물)을 1,2-디클로로에탄-헥산으로부터 얻었다. 상기면 이성질체 착물은 오렌지색-광전발광을 하였다.

<170> 화합물 1-a, 1-c, 1-f 내지 1-h, 1-j 내지 1-m 및 1-r을 유사하게 제조하였다. 화합물 1-j의 제조에서 이성질체의 혼합물을 R₆ 또는 R₈ 위치에서의 불소를 이용하여 얻었다.

<171> <표 5>

화합물	분석 계산치(실측치)	NMR (CD ₂ Cl ₂ , 25°C)
1-a	C: 50.3 (50.1) H: 2.5 (2.7) N: 4.9 (4.9) Cl: 0.0 (0.2)	¹ H: 6.8 (1H), 6.9 (1H), 7.0 (1H), 7.8 (2H), 7.95 (1H), 8.1 (1H) ¹⁹ F: -63.4
1-b	C: 47.4 (47.3) H: 2.0 (2.1) N: 4.6 (4.4)	¹ H: 6.4 (1H), 6.75 (1H), 7.7 (1H), 7.8 (1H), 7.95 (1H), 8.05 (1H) ¹⁹ F: -63.4 (s); -109.5 (ddd)
1-c	C: 47.4 (47.2) H: 2.0 (2.0) N: 4.6 (4.5)	¹ H: 6.6 (1H), 6.7 (1H), 6.9 (1H), 7.8 (1H), 8.0 (1H), 8.6 (1H) ¹⁹ F: -63.5 (s); -112.8 (ddd)
1-d	C: 55.9 (56.1) H: 3.0 (3.2) N: 5.9 (5.8)	¹ H: 6.6 (2H), 6.8 (1H), 7.0 (1H), 7.6 (1H), 7.7 (1H), 8.4 (1H) ¹⁹ F: -115.0 (ddd)
1-e	C: 44.1 (43.3) H: 1.7 (2.1) N: 3.9 (3.6)	¹ H: 6.9 (1H), 7.1 (1H), 7.8 (1H), 8.0 (2H), 8.2 (1H) ¹⁹ F: -63.0 (1F), -63.4 (1F)
1-f	C: 50.4 (50.5) H: 2.5 (2.7) N: 4.9 (4.9)	¹ H: 6.9 (1H), 7.1 (2H), 7.6 (1H), 7.8 (1H), 7.9 (1H), 8.1 (1H) ¹⁹ F: -62.4
1-g	C: 55.9 (56.3) H: 3.0 (3.2) N: 5.9 (6.0)	¹ H: 6.4 (1H), 6.7 (1H), 7.0 (1H), 7.6 (1H), 7.7 (2H), 7.9 (1H) ¹⁹ F: -112.6 (ddd)

<172>

<173> <표 5(계속)>

화합물	분석 계산치(실측치)	NMR (CD ₂ Cl ₂ , 25°C)
1-h	C: 51.0 (45.2) H: 2.1 (2.3) N: 4.9 (4.2)	¹ H: 6.8 (1H), 6.95 (1H), 7.05 (1H), 7.7 (1H), 8.0 (1H), 8.9 (1H) ¹⁹ F: -63.3
1-i	C: 49.4 (49.3) H: 2.9 (2.8) N: 4.4 (4.4)	¹ H: 3.6 (3H), 6.3 (1H), 6.6 (1H), 7.7 (2H), 7.85 (1H), 7.95 (1H) ¹⁹ F: -63.2
1-j	C: 47.4 (47.4) H: 2.0 (2.3) N: 4.6 (4.7)	¹ H: 6.7 (m), 7.1 (m), 7.5 (m), 7.6 (m), 7.7 (m), 8.0 (m), 8.2 (m) ¹⁹ F: 8 s 공명 (-63.0 - -63.6) 및 8 ddd 공명 (-92.2 - -125.5)
1-k	C: 43.5 (44.0) H: 1.8 (2.1) N: 8.5 (8.4)	¹ H: 6.9 (1H), 7.15 (1H), 8.1 (1H), 8.3 (1H), 8.45 (1H), 8.6 (1H) ¹⁹ F: -62.9

<174>

1-l	C: 42.2 (42.1) H: 16. (1.8) N: 3.8 (3.7)	¹ H: 6.5 (1H), 6.7 (1H), 7.75 (1H), 7.85 (1H), 8.0 (1H), 8.1 (1H) ¹⁹ F: -58.1 (1F), -63.4 (1F)
-----	--	---

<175>

<176> 실시예 3

<177> 이 실시예는 상기 화학식 2의 IrL^aL^bL^cL^dL^e의 이리듐 착물의 제조를 설명한다.

<178> 화합물 1-n

<179> IrCl₃·nH₂O(54% Ir; 510mg), 2-(3-트리플루오로메틸페닐)퀴놀린(1.80g) 및 실버 트리플루오로아세테이트(1.10 g)의 혼합물을 4시간 동안 190-195°C에서 격렬히 교반시켰다. 생성된 고체를 실리카 상에서 디클로로메탄을 이용하여 크로마토그래피하여 이중고리금속화 착물 및 미반응 리간드의 혼합물을 얻었다. 미반응 리간드를 따뜻한 헥산을 이용하여 추출하여 혼합물로부터 제거하였다. 추출물이 무색이 된 후, 헥산-불용성 고체를 수거하고, 진공하에서 건조시켰다. 수율이 0.29g이었다. ¹⁹F NMR: -63.5(s,6F), -76.5(s,3F). 이 착물의 구조

를 단일 결정 엑스레이 회절 분석에 의해 확인하였다.

<180> 화합물 1-o

<181> $\text{IrCl}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (54% Ir; 500mg), 2-(2-플루오로페닐)-3-클로로-5-트리플루오로메틸피리딘(2.22g), 물(0.3ml) 및 실버 트리플루오로아세테이트(1.00g)의 혼합물을 1.5시간 동안 190°C에서 교반시켰다. 고체 생성물을 디클로로메탄을 이용하여 실리카 상에서 크로마토그래피하여 이중고리금속화 수성 트리플루오로아세테이트 착물(화합물 1-p) 및 미반응 리간드의 2:1 공동결정화 부가물 0.33g을 얻었다.

<182> ^{19}F NMR: -63.0 (9F), -76.5 (3F), -87.7 (2F), -114.4 (1F).

<183> 공동결정화 페닐피리딘 리간드를 디클로로메탄-헥산으로부터 재결정화함에 의해 제거하였다. 부가물 및 착물 둘다의 구조를 단일 결정 엑스레이 회절 분석에 의해 확인하였다.

<184> 실시예 4

<185> 이 실시예는 상기 화학식 VIII을 갖는 히드록소 이리듐 이합체의 제조를 예시하였다.

<186> $\text{IrCl}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (54% Ir; 510mg), 2-(4-플루오로페닐)-5-트리플루오로메틸피리딘 (725mg), 물(5ml) 및 2-에톡시에탄올(20ml)의 혼합물을 4.5 시간 동안 환류하에서 격렬하게 교반시켰다. 물(5ml) 중의 NaOH(2.3g) 용액을 첨가시키고, 이어서, 물 20ml를 첨가시키고, 혼합물을 2시간 동안 환류하에서 교반시켰다. 혼합물을 실온으로 냉각시키고, 물 50ml를 이용하여 희석하고, 여과시켰다. 고체를 1,2-디클로로에탄 및 수성 NaOH (물 8ml 중 2.2g)을 이용하여 6시간 동안 환류하에서 격렬하게 교반시켰다. 유기 용매를 혼합물로부터 증발시키고, 수성상에서 주황색 고체의 현탁액을 남겼다. 주황색 고체를 여과에 의해 분리시키고, 물을 이용하여 철저히 세척하고, 진공에서 건조시켜 이리듐 히드록소 이합체(분광분석으로 순수함) 0.94g(95%)를 얻었다.

<187> ^1H NMR (CD_2Cl_2): -1.0 (s, 1H, IrOH), 5.5 (dd, 2H), 6.6 (dt, 2H), 7.7 (dd, 2H), 7.9 (dd, 2H), 8.0 (d, 2H), 9.1 (d, 2H). ^{19}F NMR (CD_2Cl_2): -62.5 (s, 3F), -109.0 (ddd, 1F).

<188> 실시예 5

<189> 이 실시예는 이리듐 이합체로부터 비스-고리금속화 착물의 제조를 예시한다.

<190> 화합물 1-p

<191> 실시예 4의 이리듐 히드록소 이합체(100mg), 에틸 아세토아세테이트(0.075ml; 4배 과량) 및 디클로로메탄(4ml)의 혼합물을 밤새 실온에서 교반시켰다. 용액을 쇼트 실리카 플러그를 통해 여과시키고, 증발시켜 주황색 고체를 얻었고, 이를 헥산을 이용하여 세척시키고 건조시켰다. 착물의 수득량은 109mg이었다(94%).

<192> ^1H NMR (CD_2Cl_2): 1.1 (t, CH_3), 3.9 (dm, CH_2), 4.8 (s, CH_3COCH), 5.9 (m), 6.7 (m), 7.7 (m), 8.0 (m), 8.8 (d). ^{19}F NMR (CD_2Cl_2): -63.1 (s, 3F), -63.2 (s, 3F), -109.1 (ddd, 1F), -109.5 (ddd).

<193> 화학 분석: 계산치: C, 44.9; H, 2.6; N, 3.5

<194> 실측치: C, 44.4; H, 2.6; N, 3.3

<195> 화합물 1-w

<196> THF(6ml) 중의 실시예 4으로부터 히드록소 이합체의 용액(0.20g)을 트리플루오로아세트산 50mg을 이용하여 처리하고, 쇼트 실리카 플러그를 통해 여과시키고, 약 0.5ml로 증발시키고, 헥산(8ml)를 이용하여 처리하고 밤새 놓아두었다. 황색 결정질 고체를 분리시키고, 헥산을 이용하여 세척하고, 진공하에서 건조시켰다. 수율(1:1 THF 용매화물): 0.24g(96%).

^{19}F NMR (CD_2Cl_2 , 20°C), δ : -63.2 (s, 3F), -76.4 (s, 3F), -107.3 (ddd, 1F). ^1H NMR (CD_2Cl_2 , 20°C), δ : 9.2 (br s, 1H), 8.2 (dd, 1H), 8.1 (d, 1H), 7.7 (m, 1H), 6.7 (m, 1H), 5.8 (dd, 1H), 3.7 (m, 2H, THF), 1.8 (m, 2H, THF).

<197>

<198> 화합물 1-x

<199> 트리아세테이트 중간체, 화합물 1-w(75mg) 및 2-(4-브로모페닐)-5-브로모피리딘(130mg)의 혼합물을 30분 동안 150-155°C에서 N_2 하에서 교반시켰다. 생성된 고체를 실온으로 냉각시키고, CH_2Cl_2 중에서 용해시켰다. 생성된 용액을 실리카 겔을 통해 여과시키고, 증발시켰다. 잔류물을 따뜻한 헥산을 이용하여 수회 세척시키고, 진공에서 건조시켜 황색, 황색-광전발광 고체를 얻었다. 수율:74mg(86%).

^{19}F NMR (CD_2Cl_2 , 20°C), δ : -63.1 (s, 3F), -63.3 (s, 3F), -108.8 (ddd, 1F), -109.1 (ddd, 1F). ^1H NMR (CD_2Cl_2 , 20°C), δ : 8.2 (s), 7.9 (m), 7.7 (m), 7.0 (d), 6.7 (m), 6.2 (dd), 6.0 (dd).

<200>

<201> 엑스레이 분석으로 확인되는 바와 같이 착물을 트랜스인 불소화 리간드의 질소를 이용하여 자오선 이성질체이었다.

<202> 실시예 6

<203> 이 실시예는 상기 화학식 5의 mer-Ir(L^a)₃의 이리듐 화합물의 제조를 설명한다.

<204> 화합물 1-s

<205> 이 착물은 화합물 1-n과 유사한 방식으로 합성하였다. NMR, TLC 및 TGA 데이터에 따르면, 생성물은 면이성질체 및 자오선이성질체의 대략 1:1 혼합물이었다.

<206> 화합물 1-t

<207> $\text{IrCl}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (54% Ir; 0.40g), 2-(3,5-디플루오로페닐)-5-트리플루오로메틸피리딘(1.40g), AgOCOCF_3 (0.81g) 및 물(0.5ml)의 혼합물을 온도가 165°C(오일 베쓰)까지 서서히 올리면서 N_2 주입하에서 격렬히 교반시켰다. 165°C에서 40분 후, 혼합물을 고화시켰다. 혼합물을 실온이하로 냉각시켰다. 고체를 추출물이 무색될 때까지 디클로로메탄을 이용하여 추출하였다. 합친 디클로로메탄 용액을 쇼트 실리카 컬럼을 통해 여과시키고, 증발시켰다. 잔류물을 헥산을 이용하여 철저히 세척하고, 진공하에서 건조시켰다. 수율:0.53g(49%).

^{19}F NMR (CD_2Cl_2 , 20°C), δ : -63.55 (s, 3F), -63.57 (s, 3F), -63.67 (s, 3F), -89.1 (t, 1F), -100.6 (t, 1F), -102.8 (dd, 1F), -118.6 (ddd, 1F), -119.3 (ddd, 1F), -123.3 (ddd, 1F). ^1H NMR (CD_2Cl_2 , 20°C), δ : 8.4 (s), 8.1 (m), 7.9 (m), 7.6 (s), 7.5 (m), 6.6 (m), 6.4 (m).

<208>

<209> 엑스레이 분석으로 확인되는 바와 같이 착물은 자오선이성질체이었다.

<210> 화합물 1-u

<211> 이 착물을 화합물 1-q와 유사하게 제조하고, 단리시키고, 이어서, 1,2-디클로로에탄 헥산으로부터 결정화에 의해 정제하였다. 정제된 생성물의 수율은 53%이었다. 착물은 NMR 데이터와 같이 자오선이성질체이었다.

^{19}F NMR (CD_2Cl_2 , 20°C), δ : -63.48 (s, 3F), -63.52 (s, 6F), -105.5 (ddd, 1F), -105.9 (ddd, 1F), -106.1 (ddd, 1F), -107.4 (t, 1F), -107.9 (t, 1F), -109.3 (t, 1F). ^1H NMR (CD_2Cl_2 , 20°C), δ : 8.6 (m), 8.3 (s), 8.2 (s), 8.1 (m), 7.9 (m), 7.6 (m), 6.6 (m), 6.4 (m), 6.0 (m), 5.8 (m).

<212>

<213> 화합물 1-v

<214> 이 mer-착물을 화합물 1-w와 유사한 방식으로 트리플루오로아세테이트 이중고리금속화 중간체, 화합물 1-x 및

2-(4-플루오로페닐)-5-트리플루오로메틸피리딘을 이용하여 제조하였다.

^{19}F NMR (CD_2Cl_2 , 20°C), δ : -63.30 (s, 3F), -63.34 (s, 3F), -63.37 (s, 3F), -108.9 (ddd, 1F), -109.0 (ddd, 1F), -109.7 (ddd, 1F). ^1H NMR (CD_2Cl_2 , 20°C), δ : 8.3-7.6 (m), 6.7 (m), 6.6 (dd), 6.3 (dd), 6.0 (dd).

<215>

<216> 이 황색-발광 자오선이성질체 착물을 녹색 발광 면이성질체(화합물 1-b)로 1 atm에서 승화시켜 이성질화시켰다.

<217> 실시예 7

<218> 이 실시예는 본 발명의 이리듬을 이용하여 OLED의 제조를 예시하였다.

<219> 정공이동층(HT 층), 전기발광층(EL 층) 및 하나 이상의 전자이동층(ET 층)을 포함하는 박막 OLED 장치를 열 증착기술을 이용하여 제조하였다. 오일 확산 퍼프를 갖는 에드워드 오토 306 증착기를 이용하였다. 모든 박막 증착을 위한 기초 진공은 10-6 토르의 범위내이다. 증착 챔버는 진공을 깨트릴 필요없이 5개의 상이한 필름을 증착시킬 수 있다.

<220> 약 1000-2000 옴스트롬의 ITO 층을 갖는 이리듬 산화 주석(ITO) 코팅된 유리 기재를 사용하였다. 기재를 먼저 목적하지 않는 ITO 영역을 1HCl 용액을 이용하여 에칭하여 패터닝시켜 첫번째 전극 패턴을 형성시켰다. 폴리이미드 테이프를 마스크로서 사용하였다. 이어서, 패터닝된 ITO 기재를 수성 세정용액 중에서 초음파 세정하였다. 이어서, 기재를 증류수를 이용하여 헹구고, 이어서, 이소프로판올로 헹구고, 3시간 동안 톨루엔 증기중에서 탈기하였다.

<221> 이어서, 세척되고 패터닝된 ITO 기재를 진공 챔버로 채우고, 챔버를 10^{-6} 토르로 펌핑하였다. 이어서, 기재를 산소 플라즈마를 이용하여 약 5 내지 10분 동안 추가 세척하였다. 세척 후, 다층의 박막을 열 증착에 의해 기재상에 연속적으로 증착시켰다. 마지막으로, Al의 패터닝된 금속 전극을 마스크를 통해 증착시켰다. 필름의 두께는 콰르츠 결정 모니터(Sycon STC-200)를 이용하여 증착되는 동안 측정하였다. 실시예에 제시된 모든 필름 두께는 하나 위에 증착된 물질의 밀도를 가정하고 계산된 노미날 값이다. 이어서, 온전한 OLED 장치는 진공 챔버에서 빼내어 캡슐화 없이 즉시 특징을 측정하였다.

<222> 장치 층 및 두께의 개요를 표 6에 제시하였다. 모든 경우에 음극은 상기한 바와 같이 ITO이고, 양극은 700-760 옴스트롬의 범위의 두께를 갖는 Al이었다. 일부 샘플에서는 2층의 전자이동층을 사용하였다. 먼저 제시된 층이 EL 층에 인접하게 도포되었다.

<223> <표 6>

<224> Alq_3 =트리스(8-히드록시퀴놀레이트)알루미늄

<225> DDPA=2,9-디메틸-4,7-디페닐-1,10-페난트롤린

<226> $\text{Ir}(\text{ppy})_3$ =fac-트리스(2-페닐피리딘)이리듬

<227> MPMP=비스[4-(N,N-디메틸아미노)-2-메틸페닐](4-메틸페닐)메탄

샘플	HT 층 (두께, Å)	EL 층 (두께, Å)	ET 층 (두께, Å)
비교예	MPMP (528)	$\text{Ir}(\text{ppy})_3$ (408)	DDPA (106) + Alq_3 (320)
1	MPMP (520)	화합물 1-b (499)	DDPA (125) + Alq_3 (365)
2	MPMP (541)	화합물 1-b (580)	DDPA (407)
3	MPMP (540)	화합물 1-e (499)	DDPA(112) + Alq_3 (340)
4	MPMP (525)	화합물 1-k (406)	DDPA (106) Alq_3 (341)

<228>

샘플	HT 층 (두께, Å)	EL 층 (두께, Å)	ET 층 (두께, Å)
5	MPMP (570)	화합물 1-j (441)	DDPA (107) + Alq ₃ (339)
6	MPMP (545)	화합물 1-j (462)	DDPA (111) + Alq ₃ (319)
7	MPMP (643)	화합물 1-g (409)	DDPA (112) + Alq ₃ (361)
8	MPMP (539)	화합물 1-f (430)	DDPA (109) + Alq ₃ (318)
9	MPMP (547)	화합물 1-a (412)	DDPA (105) + Alq ₃ (300)
10	MPMP (532)	화합물 1-h (457)	DDPA (108) + Alq ₃ (306)
11	MPMP (603)	화합물 1-d	DDPA (111) + Alq ₃ (303)

<229>

		(415)	
12	MPMP (551)	화합물 1-c (465)	DDPA (106) + Alq ₃ (313)
13	MPMP (520)	화합물 1-l (405)	DDPA (410)
14	MPMP (504)	화합물 1-b (400)	DDPA (393)
15	MPMP (518)	화합물 1-b (153)	DDPA (418)
16	MPMP (556)	화합물 1-m (416)	DDPA (430)
17	MPMP (520)	화합물 1-n (419)	DDPA (420)
18	MPMP (511)	화합물 1-o (412)	DDPA (413)
19	MPMP (527)	화합물 1-p (425)	DDPA (412)
20	MPMP (504)	화합물 1-q (417)	DPA (407)
21	MPMP (525)	화합물 1-t (419)	DPA (416)
22	MPMP (520)	화합물 1-u (421)	DPA (405)

<230>

<231>

OLED 샘플을 (1) 전류-전압 (I-V) 커브, (2) 전기 발광 복사휘도 대 전압 및 (3) 전기발광 스펙트럼 대 전압을 측정하여 특징을 제공하였다. 사용된 장치 200을 도 2에 나타내었다. OLED 샘플 220의 I-V 커브를 케트리 소스-메저먼트 유닛 모델 237, 280을 이용하여 측정하였다. 전기 발광 복사휘도(CD/m²) 대 전압을 미놀타 LS-110 발광계 210을 이용하여 측정하고, 케트리 SMU를 이용하여 전압을 스캐닝하였다. 전기발광 스펙트럼을 한쌍의 렌즈(230)을 이용하여 전자 셔터(240)을 통해 수거함에 의해 얻어 스펙트로그래프(250)을 통해 분산시키고, 다이오드 배열 검측기(260)을 이용하여 측정하였다. 모든 3개의 측정이 동시에 이루어지고, 컴퓨터(270) 의해 제어되었다. 특정 전압에서 장치의 효율은 장치를 작동시키는데 요구되는 전류 밀도에 의해 LED의 전기 발광 복사휘도를 나눔으로써 측정하였다. 단위는 Cd/A 이다.

<232>

결과를 하기 표 7에 나타내었다.

<233>

<표 7>

<234> 이리듐 화합물의 전기발광 성질

샘플	피크 복사 휘도, Cd/m2	복사 휘도에서 효율, Cd/A	피크 효율, Cd/A	대략적인 피크 파장, nm
비교예	540 (22 V)	0.39	0.48	522
1	1400 (21 V)	3.4	11	525
2	1900 (25 V)	5.9	13	525
3	830 (18 V)	1.7	13.5	525
4	7.6 (27 V)	0.005	0.13	521
5	175 (25 V)	0.27	1.8	530, 563
6	514 (20 V)	1.5	2.2	560
7	800 (26 V)	0.57	1.9	514
8	1200 (28 V)	0.61	2	517
9	400 (18 V)	1.1	4	545
10	190 (16 V)	2.3	3.3	575
11	1150 (25 V)	1.2	3.8	506, 526
12	340 (20 V)	0.49	2.1	525
13	400 (21 V)	3	5	520
14	1900	5	9	525
15	2500	6	11	525
16	100 (27 V)	0.17	0.2	560
17	3.5 (28 V)	0.005	0.014	575
18	30 (26 V)	0.08	0.16	590

<235>

<236> <표 7(계속)>

<237> 이리듐 화합물의 전기발광 성질

샘플	피크 복사 휘도, Cd/m2	복사 휘도에서 효율, Cd/A	피크 효율, Cd/A	대략적인 피크 파장, nm
19	2000 (21 V)	6	8	532
20	350 (26 V)	0.60	1.6	595
21	1200 (22 V)		5	545
22	80 (19 V)		1	540

<238>

<239> 피크 효율은 장치에서 전기발광 화합물의 값의 최적의 지표이다. 이는 얼마나 많은 전자가 특정 수의 광전자를 방출하기 위해(복사휘도) 장치내로 유입되어야 하는지의 척도를 제공한다. 이는 기본적으로 중요한 수이고, 발광 물질의 고유 효율을 반영한다. 또한 높은 효율은 동일한 발광휘도를 얻기 위해서 더 적은 수의 전자가 필

요하다는 것을 의미하는 것이고, 이는 더 적은 전력 소비를 의미하는 것이기 때문에 실제적인 적용을 위해 중요하다. 열 발생 또는 바람직하지 않은 화학 부반응을 유발하는 대신 주사된 전자가 더 높은 비율로 광전자로 전환되기 때문에 더 높은 효율의 장치는 더 긴 시간의 수명을 갖는 경향이 있다. 본 발명의 대부분의 이리듐 착물은 모화합물 fac-트리스(2-페닐피리딘)이리듐 착물 보다 매우 높은 피크 효율을 갖는다. 낮은 효율을 갖는 착물은 또한 상기한 바와 같이 인광 또는 발광 물질로서 또는 촉매로서 유용성을 발견할 수 있다.

<240> 실시예 8

<241> 이 실시예는 화학식 XI을 갖는 리간드 모화합물, 1-(2,4-디플루오로-페닐)-이소퀴놀린의 제조를 예시한다.

<242> 2,4-디플루오로페닐보론산(알드리치 케미칼 코., 13.8g, 87.4mmol), 1-클로로이소퀴놀린(알드리치 케미칼 코., 13g, 79.4mmol), 테트라키스트리페닐포스핀 팔라듐(0)(알드리치, 3.00g, 2.59mmol), 포타슘 카르보네이트(EM 사이언스, 24.2g, 175mmol), 물(300ml) 및 디메톡시에탄(알드리치, 300ml)를 질소하에서 20시간 동안 환류하에서 교반시킨 후, 혼합물을 실온으로 냉각시키고, 유기 및 수성층을 분리시켰다. 수성층을 디에틸 에테르 3 x 150ml를 이용하여 추출시키고, 합친 유기분획을 황산나트륨을 이용하여 건조시키고, 여과시키고, 여액을 증발시켜 건조시켰다. 조 물질을 실리카 겔 컬럼상에서 먼저 4:1 헥산/CH₂Cl₂를 갖는 촉매 부산물을 용리시키고, 최종적으로 생성물을 CH₂Cl₂/MeOH(9.5:0.5, 생성물 R_f=0.7)을 이용하여 용리시켜 크로마토그래피하였다. 순수한 생성물 분획을 수거하고, 진공에서 건조시켜 연황색 고체 17.7g(92% 단리 수율)을 얻었다(95% 초과 순도 NMR 분광분석).

¹H NMR (CDCl₃, 296

K, 300 MHz): δ 8.61 (1H, d, J = 5.7 Hz), 7.89 (1H, d, J = 8.2 Hz), 7.67-7.85 (3H, m), 7.52-7.63 (2H, m), 6.95-7.12 (2H, m) ppm. ¹⁹F NMR (CDCl₃, 296K, 282 MHz) δ -109.01 (1F, brs), -109.87 (1F, d, J_{F-F} = 8.5 Hz).

<243> 실시예 9

<244> 이 실시예는 분지된 디클로로 이합체, [IrCl{2-(2,4-디플루오로-페닐)-이소퀴놀린}₂]₂의 제조를 설명한다.

<245> 실시예 8의 1-(2,4-디플루오로-페닐)-이소퀴놀린(1.00g, 4.15mmol), IrCl₃(H₂O)₃(스트렘 케미칼, 703mg, 1.98mmol) 및 2-에톡시에탄올(알드리치 케미칼 코., 25ml)를 15시간 동안 환류하에서 교반시킨 후, 침전물을 여과에 의해 단리시키고, 메탄올을 이용하여 세척하고, 진공에서 건조시켜 다홍색 고체인 생성물 1.04g(74%)을 얻었다.

¹H NMR

(CD₂Cl₂, 296 K, 300 MHz): δ 8.85 (2H, d, J = 6.4 Hz), 8.38 (2H, dd, J = 8.8 및 9.5 Hz), 7.82-7.97 (m, 4H), 7.67-7.7.8 (2H, m), 6.81 (2H, d, J = 6.4 Hz), 6.42 (2H, ddd, J = 2.4, 3.3, 및 11.4 Hz), 5.25 (2H, dd, J = 2.4 및 8.8 Hz) ppm. ¹⁹F NMR (CDCl₃, 296K, 282 MHz) δ -95.7(2F, d, J_{F-F} = 12 Hz), -108.03 (2F, d, J_{F-F} = 12 Hz).

<246> 실시예 10

<247> 이 실시예는 표 8의 비스-고리금속화 이리듐 착물, [Ir(acac){1-(2,4-디플루오로-페닐)-이소퀴놀린}₂], 착물 8-r의 제조를 예시한다.

<248> 실시예 9의 [IrCl{1-(2,4-디플루오로-페닐)-이소퀴놀린}₂](300mg, 0.212mmol), 소듐 아세틸아세토네이트(알드리치 케미칼 코., 78mg, 0.636mmol), 및 2-에톡시에탄올 10ml를 0.5시간 동안 120°C에서 교반시켰다. 이어서, 휘발성 성분을 진공에서 제거시켰다. 잔류물을 디클로로메탄중에 첨가하고, 이 용액을 용리 용매로서 디클로로메탄을 이용하는 실리카 겔 패드를 통과시켰다. 생성된 다홍색 여액을 증발시켜 건조시키고, 이어서, 메탄올중에 현탁시켰다. 침전된 생성물을 여과에 의해 단리시키고, 진공에서 건조시켰다. 단리 수율=230mg(70%).

¹H NMR

(CD₂Cl₂, 296 K, 300 MHz): δ 8.40 (2H, dd, *I* = 8.8 및 9 Hz), 7.97 (2H, d, *J* = 8.1Hz), 7.78 (2H, ddd, *J* = 0.7, 6.6, 및 7.8 Hz), 7.70 (2H, dd, *J* = 1.3 및 8.4 Hz), 7.66 (2H, d, *J* = 6.4 Hz), 6.44 (2H, ddd, *J* = 2.4, 5.9, 및 10.8ppm), 5.68 (2H, dd, *J* = 2.4 및 8.5 Hz), 5.30 (1H, s), 1.78 (6H, s). ¹⁹F NMR (CDCl₃, 296K, 282 MHz) δ -96.15 (2F, d, *J*_{F-F} = 11.3 Hz), -109.13 (2F, d, *J*_{F-F} = 11.3 Hz).

- <251>
- <252> 표 8 중의 화합물 8-a 내지 8-k 및 화합물 8-s는 유사한 방식으로 제조하였다.
- <253> 표 8 중의 화합물 8-1 내지 8-q를 실시예 2의 과정을 이용하여 제조하였다.
- <254> 실시예 11
- <255> 박막 OLED 장치를 실시예 7의 과정을 따라 제조하였다. 장치의 층 및 두께의 개요는 표 10에 제시하였다. 모든 경우에서, 음극은 상기한 ITO이고, 양극은 700 내지 760 Å 범위의 두께를 갖는 Al이었다.
- <256> <표 10>
- <257> MPMP=비스[4-(N,N-디에틸아미노)-2-메틸페닐](4-메틸페닐)-메탄
- <258> DPA=4,7-디페닐-1,10-펜안트롤린

샘플	HT 층 (두께, Å)	EL 층 (두께, Å)	ET 층 (두께, Å)
11-1	MPMP (572)	화합물 8-a (419)	DPA (400)
11-2	MPMP (512)	화합물 8-b (407)	DPA (394)
11-3	MPMP (548)	화합물 8-c (441)	DPA (408)
11-4	MPMP (508)	화합물 8-d (410)	DPA (408)
11-5	MPMP (560)	화합물 8-e (421)	DPA (407)
11-6	MPMP (526)	화합물 8-f (409)	DPA (405)

- <259>
- <260> <표 10(계속)>
- <261> MPMP=비스[4-(N,N-디에틸아미노)-2-메틸페닐](4-메틸페닐)-메탄

<262> DPA=4,7-디페닐-1,10-펜안트롤린

샘플	HT 층 (두께, Å)	EL 층 (두께, Å)	ET 층 (두께, Å)
11-7	MPMP (890)	화합물 8-g (408)	DPA (402)
11-8	MPMP (514)	화합물 8-h (465)	DPA (403)
11-9	MPMP (564)	화합물 8-i (418)	DPA (413)
11-10	MPMP (564)	화합물 8-j (405)	DPA (407)
11-11	MPMP (522)	화합물 8-k (400)	DPA (408)
11-12	MPMP (529)	화합물 8-l (421)	DPA (408)
11-13	MPMP (530)	화합물 8-m (411)	DPA (411)
11-14	MPMP (537)	화합물 8-o (412)	DPA (409)
11-15	MPMP (509)	화합물 8-p (405)	DPA (405)
11-16	MPMP (512)	화합물 8-q (414)	DPA (402)
11-17	MPMP (529)	화합물 8-r (442)	DPA (412)
11-18 102961-31	MPMP (524)	화합물 8-s (407)	DPA (408)

<263>

<264> OLED 샘플은 실시예 7에서와 같이 특징을 나타내었고, 결과를 하기 표 12에 제시하였다.

<265> <표 11>

<266> 이리듐 화합물의 전기발광 성질

샘플	피크 복사 휘도, Cd/m ²	피크 효율, Cd/A	대략적인 피크 파장, nm
11-1	45 (22 V)	0.13	628
11-2	32 (20 V)	0.12	> 600
11-3	340 (24 V)	2.5	590
11-4	350 (22 V)	1.7	625
11-5	300 (21 V)	1.5	> 600
11-6	200 (20 V)	1.1	605, 650
11-7	300 (23 V)	5	605
11-8	280 (21 V)	2.9	590
11-9	1000 (20 V)	3.5	592
11-10	380 (21 V)	2.3	610, 650
11-11	8 (23 V)	0.25	624
11-12	800 (20 V)	2.3	610, 650
11-13	360 (22 V)	1.5	590
11-14	160 (24 V)	1.2	590
11-15	80 (21 V)	1.1	597
11-16	170 (21 V)	0.8	615
11-17	1300 (22 V)	4	600
11-18	540 (20 V)	1.6	622

<267>

<268> 실시예 12

<269> 이 실시예는 추가 페닐피리딘 리간드의 제조를 예시한다.

<270> 하기 표 12에 나타난 페닐피리딘 화합물 12-a 내지 12-j를 실시예 1에 기술된 바와 같이 제조하였다.

<271>

<표 12>

화합물	A	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	R ₇	R ₈	R ₉
12-a	C	H	CH ₃	H	H	F	H	F	H	H
12-b	C	H	CH ₃	H	H	H	CF ₃	H	CF ₃	H
12-c	C	H	H	CH ₃	H	F	H	F	H	H
12-d	C	H	CH ₃	H	H	H	CF ₃	H	H	H
12-e	C	H	H	CH ₃	H	H	CF ₃	H	CF ₃	H
12-f	C	H	H	H	H	H	CF ₃	H	H	H
12-g	C	H	H	H	H	F	H	F	H	H
12-h	C	H	t-Bu	H	H	H	H	F	H	H
12-i	C	H	t-Bu	H	H	H	CF ₃	H	CF ₃	H
12-j	C	H	CH ₃	H	H	H	H	CF ₃	H	H

<272>

<273>

분석 및 NMR 데이터를 하기 표 13에 제시하였다.

<274>

<표 13>

화합물	수율 (%)	B.p./ mm Hg (m.p.) °C	NB No	¹ H NMR	¹⁹ F NMR
12-a	61.5	70-72/0.03	101394-104	2.39(3H), 6.99(2H), 7.02(1H), 7.57(1H), 7.99(1H) 8.56(1H)	-102.96 (1F, m), -113.18 (1F, m)

<275>

화합물	수율 (%)	B.p./ mm Hg (m.p.) °C	NB No	¹ H NMR	¹⁹ F NMR
12-b	39	66-68/0.01	101394-115	2.47(3H), 7.17(1H), 7.63(1H), 7.91(1H), 8.48(2H), 8.60 (1H), 9.00(1H)	-63.23 (s)
12-c	76	75-76/0.01 (54-56)	101394-121	2.25(3H), 6.90(2H), 7.55(2H), 8.50(1H), 8.85(1H),	-110.37 (1F, m) -113.50 (1F,m)
12-d	76	69-70/0.06 (44-46)	101394-129	2.35(3H), 7.05(1H), 7.55(2H), 8.01(1H), 8.18(1H), 8.50(1H)	-63.03 (s)
12-e	84	(83-85)	102960-48	2.43(3H), 7.66(1H), 7.87(1H), 8.47(2H), 8.59 (1H)	-63.18 (s)
12-f	72	64-65/0.026	99344-13	7.20(1H), 7.65(3H), 8.10(1H), 8.17(1H), 8.65(1H), 9.43(1H)	-63.05 (s)

<276>

화합물	수율 (%)	B.p./ mm Hg (m.p.) °C	NB No	¹ H NMR	¹⁹ F NMR
12-g	36	62/0.01	101394-93	6.90(1H), 7.18(2H), 7.68(2H), 7.95(1H), 8.65(1H),	-109.70 (1F, m) -113.35 (1F, m)
12-h	49	99-101/0.26	102960-117	-	-
12-i	58	108-109/0.1	103555-3	1.35(9H) 7.34(1H) 7.72(1H) 7.88(1H) 8.44(2H) 8.61(1H)	-63.19
12-j	46	76-77/01 (52-54)	102960-143	2.46(3H) 7.15(1H) 7.60(1H) 7.73(2H) 8.11(2H) 8.59(1H)	-62.86

<277>

<278>

2-(2',4'-디메톡시페닐)-5-트리플루오로메틸피리딘을 [(dppb)PdCl₂] 촉매(dppb=1,4-비스(디페닐포스포노)부탄)의 존재하에서 2-클로로-5-트리플루오로메틸피리딘과 2,4-디메톡시페닐마그네슘 브로미드를 커플링시켜 쿠마다(kumada)를 통해 제조하였다.

<279>

실시예 13

<280>

이 실시예는 디클로로-분지된 이핵 비스-고리금속화 Ir 착물의 제조를 예시한다.

<281>

Ir 착물은 수성 2-에톡시에탄올 중의 대응 2-아릴피리딘 및 IrCl₃·nH₂O의 반응에 의해 제조하였다. 방법은 2-페닐피리딘을 위한 문헌 방법과 유사하였다(Sprouse, S.;King, K.A.; Spellane, P.J.;Watts, R.J., J. Am. Chem. Soc.,1984, 106, 6647-53; Graces, F.O.;King, K.A.;Watts, R.J., Inorg. Chem.,1988, 27, 3464-71). IrCl₃·nH₂O, 2-아릴피리딘(Ir 당 2.2-2.8 당량), 2-에톡시에탄올(IrCl₃·nH₂O 1g 당 약 30ml) 및 물(2-에톡시에탄올 30ml 당 약 5ml)의 혼합물을 환류(N₂)하에서 4-10시간동안 교반시켰다. 실온으로 냉각시킨 후, 진한 염산(IrCl₃·nH₂O 1g 당 3ml)를 첨가시키고, 혼합물을 30분 동안 교반시켰다. 혼합물을 물을 이용하여 희석시키고, 1-2 시간 동안 교반시키고, 여과시켰다. 고체 생성물을 물, 메탄올을 이용하여 세척하고, 진공하에서 건조시켰다. 수율은 65 내지 99%의 범위이었다.

<282>

실시예 14

<283>

이 실시예는 L"는 Cl인 화합물 6을 갖는 본 발명의 Ir 착물의 제조를 예시하였다.

<284>

모노텐테이트 3차 포스핀, CO, 또는 이소니트릴 리간드를 포함하는 이중고리금속화 아릴피리딘 이리듐(III) 단핵 착물.

<285>

실시예 13과 같이 제조된 디클로로-분지의 이핵 비스-고리금속화 Ir 착물, 모노텐테이트 리간드 L' 및 1,2-디클로로에탄(DCE) 또는 톨루엔의 혼합물을 환류(L'가 CO인 경우 CO 또는 N₂)하에서 모든 고체가 용해된 후 추가 3분 내지 1시간 까지 교반시켰다. 생성물을 단리시키고, 증발에 의해 정제하고, 공기 중에서 결정화시켰다. 선택된 착물을 위한 상세한 과정이 하기에 제시되어 있다. 모든 착물을 NMR 분광분석 데이터(³¹P NMR=³¹P-{¹H}NMR)에 의해 특징을 나타내었다. 착물의 불충분한 열 안정성으로 인해 만족스러운 연소 분석이 얻어지지 않았다. 화합물 9-k의 이성질체를 트랜스 질소를 갖는 다수의 이성질체 및시스 질소를 갖는 소수 이성질체를

모두 단일 결정성 엑스레이 회절에 의해 특징을 나타내었다.

<286> 착물 9-d(표 9)

<287> 실시예 12의 페닐피리딘 화합물 12-f를 이용하여 제조된 디클로로-분지 이핵 비스-고리금속화 Ir 착물(100mg), 리간드 L'로서 2,6-(CH₃)₂C₆H₃NC인 리간드 NC-1(26mg)(시그마 알드리치로부터, 케미칼의 플루카(Fluka) 라인으로부터 구매) 및 DCE(1.5ml)의 혼합물을 5분 동안 환류하에서 교반시켰다. 실온으로 냉각시킨 후, 짙은 청록색 광전발광 용액을 헥산(15ml)을 이용하여 조금씩 처리하였다. 황색 결정을 분리시키고, 헥산(3 x 3ml)을 이용하여 세척하고, 진공하에서 건조시켰다. 수율:0.115g(96%).

¹H NMR (CD₂Cl₂, 20°C), δ: 2.2 (s, 6H, CH₃); 6.35 (d, 1H, arom H); 6.65 (d, 1H, arom H); 7.1 (m, 4H, arom H); 7.3 (m, 1H, arom H); 7.5 (m, 1H, arom H); 7.9 (d, 2H, arom H); 8.1 (m, 5H, arom H); 9.4 (d, 1H, arom H); 10.0 (d, 1H, arom H). ¹⁹F NMR (CD₂Cl₂, 20°C), δ: -62.7 (s, 3F, CF₃); -62.8 (s, 3F, CF₃).

<288>

<289> 착물 9-g(표 9)

<290> 실시예 1의 페닐피리딘 화합물 2-y을 이용하여 제조된 디클로로-분지 이핵 비스-고리금속화 Ir 착물(120mg), 리간드 L'로서 2,6-(CH₃)₂C₆H₃NC인 리간드 NC-1(26mg)(시그마 알드리치로부터, 케미칼의 플루카(Fluka) 라인으로부터 구매) 및 DCE(2ml)의 혼합물을 10분 동안 환류하에서 교반시켰다. 실온으로 냉각시킨 후, 짙은 청록색 광전발광 용액을 헥산(4ml)을 이용하여 조금씩 처리하였다. 황색 결정을 분리시키고, 헥산(3 x 3ml)을 이용하여 세척하고, 진공하에서 건조시켰다. 수율:0.13g(93%).

¹H NMR (CD₂Cl₂, 20°C), δ: 2.2 (s, 6H, CH₃); 6.35 (d, 1H, arom H); 6.65 (d, 1H, arom H); 7.1 (m, 5H, arom H); 8.0 (d, 2H, arom H); 8.25 (m, 4H, arom H); 9.6 (s, 1H, arom H); 10.4 (s, 1H, arom H). ¹⁹F NMR (CD₂Cl₂, 20°C), δ: -62.8 (s, 6F, CF₃); -62.9 (s, 3F, CF₃); -63.0 (s, 3F, CF₃).

<291>

<292> 착물 9-i(표 9)

<293> 실시예 1의 페닐피리딘 화합물 2-k을 이용하여 제조된 디클로로-분지 이핵 비스-고리금속화 Ir 착물(300mg), 리간드 L'로서 트리페닐포스핀(120mg) 및 톨루엔(6ml)의 혼합물을 10분 동안 환류하에서 교반시켰다. 실온으로 냉각시키자 녹색 광전발광 용액으로부터 황색 결정이 침전되었다. 실온에서 2일 후, 헥산(8ml)를 첨가시켰다. 1일 후, 황색 결정을 분리시키고, 헥산(3 x 3ml)를 이용하여 세척하고, 진공하에서 건조시켰다. 수율: 0.41g(97%).

¹H NMR (CD₂Cl₂, 20°C), δ: 5.5 (m, 2H, arom H); 6.7 (m, 2H, arom H); 7.2-7.9 (m, 21H, arom H); 8.05 (s, 2H, arom H); 9.15 (s, 1H, arom H); 9.65 (s, 1H, arom H). ¹⁹F NMR (CD₂Cl₂, 20°C), δ: -62.9 (s, 3F, CF₃); -63.0 (s, 3F, CF₃); -107.9 (m, 1F, arom F); -108.3 (m, 1F, arom F). ³¹P NMR (CD₂Cl₂, 20°C), δ: -3.2 (d, J_{p-F} = 5.9 Hz).

<294>

<295> 생성물은 하기 NMR 인자를 갖는 소수 이성질체(약 10%)를 포함한다:

¹⁹F NMR (CD₂Cl₂, 20°C), δ: -63.5 (s, 3F, CF₃); -63.9 (s, 3F, CF₃); -107.4 (m, 1F, arom F); -108.9 (m, 1F, arom F). ³¹P NMR (CD₂Cl₂, 20°C), δ: -10.8 (d, J_{p-F} = 6.3 Hz).

<296>

<297> 착물 9-k(표 9)

<298> 실시예 1의 페닐피리딘 화합물 2-k을 이용하여 제조된 디클로로-분지 이핵 비스-고리금속화 Ir 착물(102mg), 리간드 L'로서 트리아릴포스핀 화합물 (Ar_f)₃P(여기서, Ar_f=3,5-(CF₃)₂C₆H₃(102mg) 및 톨루엔(8 ml)의 혼합물을 10

분 동안 환류하에서 모든 고체가 용해될 때 까지 교반시켰다. 실온으로 냉각시킨 후, 혼합물을 헥산(10ml)를 이용하여 처리하고, 약 10°C에서 3시간 동안 놓아두었다. 황색 결정고체를 분리시켰고, 헥산을 이용하여 세척하고, 진공하에서 건조시켰다. 화합물은 하늘색 광전발광을 나타내었다. 이 생성물의 ¹⁹F NMR 분석은 미반응 디클로로 분지 착물의 약 10%를 나타내었다. L₅(30mg)의 존재하에서 끓는 톨루엔 중에서 고체를 가열하고, 12 시간 동안 약 10°C에서 냉각시킨 후, 착물 9-k를 임의의 디클로로 분지 착물이 없도록 단리시켰다. 이를 헥산을 이용하여 세척하고, 진공하에서 건조시켰다. 수율: 0.17g(86%)

¹H NMR (CD₂Cl₂, 20°C), δ: 5.4 (m, 1H, arom H); 5.9 (m, 1H, arom H); 6.75 (m, 2H, arom H); 7.2 (m, 2H, arom H); 7.75 (m, 2H, arom H); 7.9 (m, 7H, arom H); 8.05 (s, 2H, arom H); 8.15 (s, 2H, arom H); 8.85 (s, 1H, arom H); 9.4 (s, 1H, arom H). ¹⁹F NMR (CD₂Cl₂, 20°C), δ: -63.2 (s, 3F, CF₃); -63.9 (s, 3F, CF₃); -64.0 (s, 18F, L₅ CF₃); -105.4 (m, 1F, arom F); -106.1 (m, 1F, arom F). ³¹P NMR (CD₂Cl₂, 20°C), δ: -2.2 (d, J_{P-F} = 5.9 Hz).

<299>

이 착물은 서로에 대해 트랜스인 질소 원자를 갖는다(엑스레이). 엑스레이 분석으로부터 제공된 단일 결정 무리에서 다른 모양의 적은 수의 결정이 또한 발견되었다. 이들 적은 수 중의 하나는 엑스레이 회절에 의해 분석하여 소수 이성질체에 대한 Ir 주변 N 원소의 시스 배열임을 확인하였다.

<300>

<301> 착물 9-1(표 9)

L'로서 일산화탄소를 DCE(8ml) 중의 실시예 1의 페닐피리딘 화합물 2-k를 이용하여 제조된 디클로로-분지 이핵 비스-시클로메탈레이트 Ir 착물의 끓는 용액을 통해 기포로 통과시켰다. 가열기를 끄고, 용액을 혼합물로 일산화탄소를 기포로 통과시키면서 실온으로 서서히 냉각시켰다. 연황색 결정이 침전되기 시작할 때, 헥산(10ml)을 2ml 씩 천천히 첨가시켰다. 실온에서 30분 후, 결정(백청색 광전발광)을 분리시키고, 헥산을 이용하여 세척시키고, 진공하에서 15분 동안 건조시켰다. 수율: 0.145(78%).

<302>

¹H NMR (CD₂Cl₂, 20°C), δ: 5.6 (m, 1H, arom H); 6.15 (m, 1H, arom H); 6.8 (m, 2H, arom H); 7.8 (m, 2H, arom H); 8.1 (m, 2H, arom H); 8.25 (m, 2H, arom H); 9.2 (s, 1H, arom H); 10.15 (s, 1H, arom H). ¹⁹F NMR (CD₂Cl₂, 20°C), δ: -62.8 (s, 3F, CF₃); -62.9 (s, 3F, CF₃); -106.5 (m, 1F, arom F); -106.7 (m, 1F, arom F).

<303>

<304> 착물 9-a, 9-b, 9-c, 9-e, 9-f, 9-h 및 9-i를 착물 9-d와 동일한 과정을 이용하고, 각각 12-a, 12-c, 12-g, 12-d, 2-k, 12-f 및 2-k를 이용하여 제조하였다.

<305>

실시예 15

<306> 박막 OLED 장치를 실시예 7의 과정을 이용하여 제조하였다. 장치의 층 및 두께의 개요를 표 14에 제시하였다. 모든 경우에서, 음극은 상기한 ITO이고, 양극은 700 내지 760 Å 범위의 두께를 갖는 Al이었다.

<307>

<표 14>

<308>

MPMP=비스[4-(N,N-디에틸아미노)-2-메틸페닐](4-메틸페닐)-메탄

<309> DPA=4,7-디페닐-1,10-펜안트롤린

샘플	HT 층 (두께, Å)	EL 층 (두께, Å)	ET 층 (두께, Å)
15-1	MPMP (516)	화합물 9-a (408)	DPA (413)
15-2	MPMP (518)	화합물 9-c (404)	DPA (402)
15-3	MPMP (508)	화합물 9-d (354)	DPA (421)
15-4	MPMP (504)	화합물 9-e (403)	DPA (410)
15-5 102924-5	MPMP (501)	화합물 9-f (407)	DPA (415)
15-6 102924-40	MPMP (518)	화합물 9-g (404)	DPA (405)

<310>

<311> OLED 샘플은 실시예 7에서와 같이 특징을 나타내었고, 결과를 하기 표 15에 제시하였다.

<312> <표 15>

<313> 이리듐 화합물의 전자발광 성질

샘플	피크 복사 휘도, Cd/m ²	피크 효율, Cd/A	대략적인 피크 파장, nm
15-1	6 (16 V)	0.7	450 + 500
15-2	1 (21 V)	0.25	510
15-3	60 (22 V)	0.8	464 + 493

<314>

<315> <표 15(계속)>

<316> 이리듐 화합물의 전자발광 성질

샘플	피크 복사 휘도, Cd/m ²	피크 효율, Cd/A	대략적인 피크 파장, nm
15-4	25 (23 V)	1.2	460 + 512
15-5	320 (22 V)	2.4	538
15-6	350 (23 V)	1.5	484 + 509

<317>

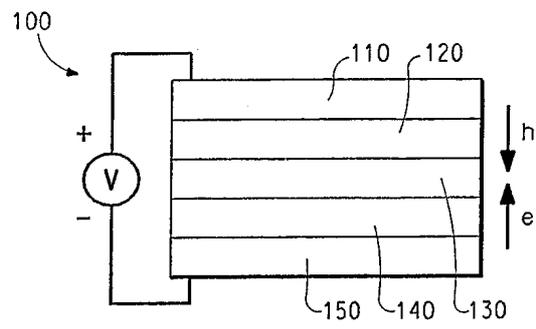
도면의 간단한 설명

<36> 도 1은 발광 장치(LED)의 모식도이다.

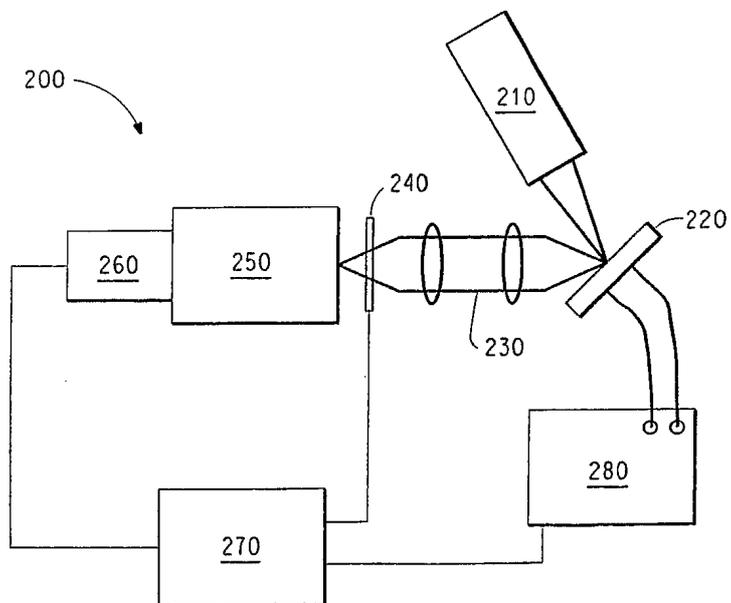
<37> 도 2는 LED 시험 기구의 모식도이다.

도면

도면1



도면2



专利名称(译)	氟化苯基喹啉和铱的电致发光化合物和由这些化合物制成的器件		
公开(公告)号	KR100879695B1	公开(公告)日	2009-01-21
申请号	KR1020037013148	申请日	2001-12-26
[标]申请(专利权)人(译)	纳幕尔杜邦公司		
申请(专利权)人(译)	杜邦德四个孩子在一起，你和公司		
当前申请(专利权)人(译)	杜邦德四个孩子在一起，你和公司		
[标]发明人	PETROV VIACHESLAV A 페트로브비아케슬라브에이 WANG YING 왕잉 GRUSHIN VLADIMIR 그루신블라디미르		
发明人	페트로브,비아케슬라브,에이. 왕,잉 그루신,블라디미르		
IPC分类号	C09K11/06 H01L51/50 C07D213/02 C07D213/26 C07D213/30 C07D213/61 C07D213/68 C07D215/00 C07D215/04 C07D215/12 C07D217/00 C07D239/02 C07D239/26 C07F15/00 H01L51/00 H01L51/30 H05B H05B33/12 H05B33/14 H05B33/22		
CPC分类号	C07D213/30 C07D213/26 C07D213/61 C07D213/68 C07D215/04 C07D239/26 C07F15/0033 C09K11 /06 C09K2211/1007 C09K2211/1029 C09K2211/185 H01L51/0059 H01L51/0081 H01L51/0085 H01L51 /5016 H05B33/14		
代理人(译)	Jangsugil 金荣		
其他公开文献	KR1020040069972A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明一般涉及电致发光Ir(III)化合物，用于制备Ir(III)化合物的取代的2-苯基吡啶，苯基嘧啶和苯基喹啉，以及用Ir(III)化合物制备的装置。KIPO和WIPO 2007

