

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2014-0060974 (43) 공개일자 2014년05월21일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) C09K 11/06 (2006.01) H01L 51/50 (2006.01)		(71) 출원인 엘지디스플레이 주식회사
(21) 출원번호	10-2012-0127993	서울특별시 영등포구 여의대로 128(여의도동)
(22) 출원일자	2012년11월13일	(72) 발명자
심사청구일자	없음	정현철
		서울 마포구 월드컵로 190, 301호 (성산동, 이안상암2차)
		(74) 대리인
		특허법인네이트

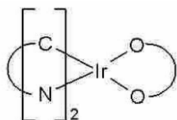
전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 발명의 명칭 인광 물질 및 이를 이용한 유기발광다이오드소자

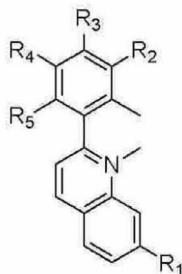
(57) 요약

본 발명은 하기 화학식1로 표시되고, 하기 화학식1에서  은 하기 화학식2로 표시되며, 하기 화학식2에서 R1은 알콕시기, 트리메틸실릴기, 트리플루오르메틸기, 할로겐 중에서 선택되고 R2, R3, R4, R5 각각은 독립적으로 수소, C1~C6의 알킬기 또는 C1~C6의 알콕시기에서 선택되는 것을 특징으로 하는 인광 물질.

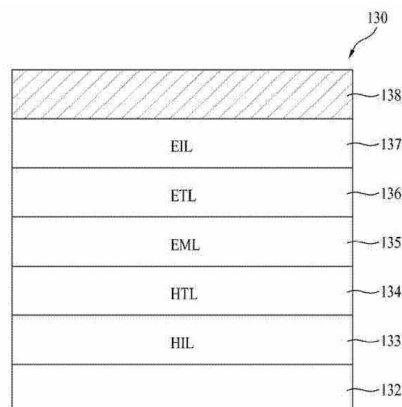
화학식1



화학식2



대표도 - 도1

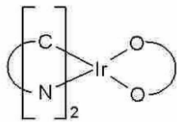


특허청구의 범위

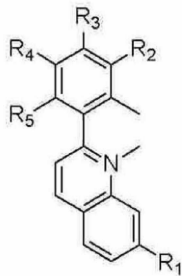
청구항 1

하기 화학식1로 표시되고, 하기 화학식1에서 은 하기 화학식2로 표시되며, 하기 화학식2에서 R1은 알콕시기, 트리메틸실릴기, 트리플루오르메틸기, 할로젠 중에서 선택되고 R2, R3, R4, R5 각각은 독립적으로 수소, C1~C6의 알킬기 또는 C1~C6의 알콕시기에서 선택되는 것을 특징으로 하는 인광 물질.

화학식1



화학식2



청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 R1의 치환체인 알콕시기는 메톡시, 에톡시, n-프로톡시, i-프로톡시, n-부톡시, i-부톡시 및 t-부톡시 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 인광 물질.

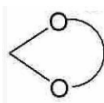
청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 할로젠은 F, Cl, Br, I 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 인광 물질.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 화학식1에서 는 2,4-펜테인다이온, 2,2,6,6,-테트라메틸헵테인-3,5-다이온, 1,3-프로페인다이온, 1,3-부테인다이온, 3,5-헵테인다이온, 1,1,1-트라이플루오로-2,4-펜테인다이온, 1,1,1,5,5,5-헥사플루오로-2,4-펜테인다이온 및 2,2-다이메틸-3,5-헥세인다이온 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 인광 물질.

청구항 5

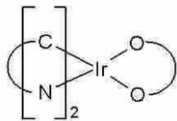
제 1 전극과;

상기 제 1 전극과 마주보는 제 2 전극과;

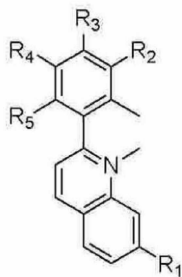
상기 제 1 및 제 2 전극 사이에 위치하는 발광물질층을 포함하고,

상기 발광물질층은 하기 화학식1로 표시되고, 하기 화학식1에서  은 하기 화학식2로 표시되며, 하기 화학식2에서 R1은 알콕시기, 트리메틸실릴기, 트리플루오르메틸기, 할로젠 중에서 선택되고 R2, R3, R4, R5 각각은 독립적으로 수소, C1~C6의 알킬기 또는 C1~C6의 알콕시기에서 선택되는 것을 특징으로 하는 인광 물질을 포함하여 이루어지는 유기발광다이오드소자.

화학식1



화학식2



명세서

기술 분야

[0001] 본 발명은 유기발광다이오드소자에 이용되는 인광 물질에 관한 것으로, 특히 높은 색순도와 효율을 갖는 인광 물질 및 이를 이용하는 유기발광다이오드소자에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 최근 표시장치의 대형화에 따라 공간 점유가 적은 평면표시소자의 요구가 증대되고 있는데, 이러한 평면표시소자 중 하나로써 유기전계발광소자(organic electroluminescent device: OLED)라고도 불리는 유기발광다이오드소자의 기술이 빠른 속도로 발전하고 있으며, 이미 여러 시제품들이 발표된 바 있다.

[0003] 유기발광다이오드소자는 전자 주입 전극(음극)과 정공 주입 전극(양극) 사이에 형성된 발광물질층에 전하를 주입하면 전자와 정공이 쌍을 이룬 후 소멸하면서 빛을 내는 소자이다. 플라스틱 같은 휘 수 있는(flexible) 투명기관 위에도 소자를 형성할 수 있을 뿐 아니라, 플라즈마 디스플레이 패널(Plasma Display Panel)이나 무기전계발광(EL) 디스플레이에 비해 낮은 전압에서 (10V이하) 구동이 가능하고, 또한 전력 소모가 비교적 적으며, 색순도가 뛰어나다는 장점이 있다. 또한 유기 전계 발광(EL) 소자는 녹색, 청색, 적색의 3가지 색을 나타낼 수가 있어 차세대 풍부한 색 디스플레이 소자로 많은 사람들의 많은 관심의 대상이 되고 있다. 여기서 유기발광다이오드소자를 제작하는 과정을 간단히 살펴보면,

[0004] (1) 먼저, 투명기관 위에 인듐-틴-옥사이드(indium tin oxide; ITO)와 같은 물질을 증착하여 양극(anode)을 형성한다.

[0005] (2) 상기 양극 상에 정공주입층(HIL:hole injecting layer)을 형성한다. 정공주입층은 주로 하기 화학식1-1로 표시되는 copper phthalocyanine (CuPc)를 10nm 내지 30nm 두께로 증착하여 형성된다.

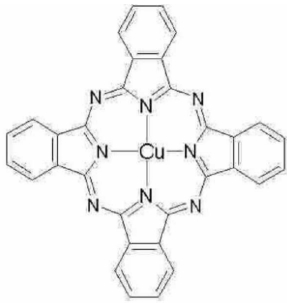
[0006] (3) 다음, 상기 정공주입층 상에 정공수송층(HTL: hole transport layer)을 형성한다. 이러한 정공수송층은 하기 화학식1-2로 표시되는 4,4'-bis[N-(1-naphtyl)-N-phenylamino]-biphenyl (NPB)을 30nm 내지 60nm 정도 증착하여 형성된다.

[0007] (4) 다음, 상기 정공수송층 상에 발광물질층 (EML: emitting material layer)을 형성한다. 이때 필요에 따라 도펀트(dopant)를 첨가되며, 컬러 구현을 위해 적색, 녹색 및 청색 발광물질층이 형성될 수 있다. 예를 들어, 하기 화학식1-3으로 표시되는 호스트인 Bis(N-carbazolyl)biphenyl (CBP)에 하기 화학식1-4 또는 화학식1-5로 표시되는 이리듐 착물 도펀트를 도핑하여 발광물질층을 형성한다.

[0008] (5) 다음, 상기 발광물질층 상에 전자수송층(ETL:electron transport layer) 및 전자주입층(EIL: electron injecting layer)을 연속적으로 형성한다.

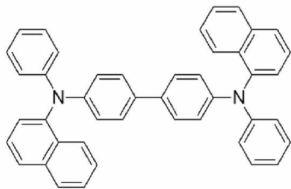
[0009] (6) 다음, 상기 전자주입층 상에 음극(cathode)을 형성하고, 마지막으로 상기 음극 상에 보호막을 형성한다.

[0010] 화학식1-1



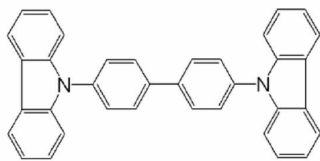
[0011]

[0012] 화학식1-2



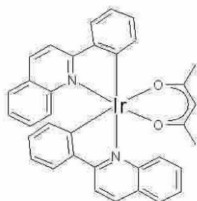
[0013]

[0014] 화학식1-3



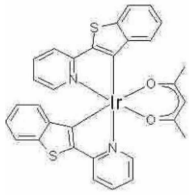
[0015]

[0016] 화학식1-4



[0017]

[0018] 화학식1-5



[0019]

[0020] 최근에는 발광물질층에 형광 물질보다 인광 물질이 많이 사용되는 추세이다. 형광 물질의 경우 발광물질층에서 형성되는 엑시톤 중에 약 25%의 단일항만이 빛을 만드는 데 사용되고 75%의 삼중항은 대부분 열로 소실되는 반면, 인광 물질은 단일항과 삼중항 모두를 빛으로 전환 시키는 발광 메커니즘을 가지고 있기 때문이다. 인광 도펀트(dopant)는 일반적으로 유기물의 중심부에 Ir, Pt, Eu와 같은 무거운 원소(heavy atom)를 포함하며 삼중항에서 단일항으로의 전자 전이 확률이 높다.

[0021] 하지만 이러한 도펀트는 농도 소광 현상으로 급격한 효율감소가 발생하기 때문에, 단독으로 발광물질층을 구성할 수는 없다. 따라서, 도펀트보다 열안정성 및 삼중항 에너지가 높은 호스트와 함께 발광층을 이루게 된다.

[0022] 인광물질을 포함하는 유기발광다이오드소자의 발광 프로세스를 간단히 살펴 보면, 양극으로부터 주입된 홀과 음극으로부터 주입된 전자가 발광층의 호스트에서 만나게 되고, 호스트에서 형성된 단일항 엑시톤은 도펀트의 단일항 또는 삼중항으로 에너지 전이가 일어나며, 삼중항 엑시톤은 도펀트의 삼중항으로 에너지 전이가 일어나게 된다. 도펀트의 단일항으로 전이된 엑시톤은 다시 도펀트의 삼중항으로 전이되기 때문에, 모든 엑시톤의 1차 종착지는 도펀트의 삼중항 준위이다. 이렇게 형성된 엑시톤은 기저상태(ground state)로 전이되며 빛을 발생한다.

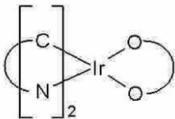
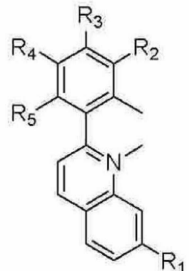
[0023] 발광물질층은 특성은 도펀트에 크게 영향을 받기 때문에, 색순도, 발광효율 및 수명의 측면에서 모두 장점을 갖는 인광 화합물이 요구되고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

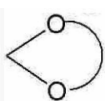
[0024] 본 발명은 색순도, 발광효율 및 수명 측면에서 향상된 특성을 갖는 신규 인광 물질을 제공하고자 한다.

과제의 해결 수단

[0025] 위와 같은 과제의 해결을 위해, 본 발명은  로 표시되고,  은  로 표시되며, R1은 알콕시기, 트리메틸실릴기, 트리플루오르메틸기, 할로겐 중에서 선택되고 R2, R3, R4, R5 각각은 독립적으로 수소, C1~C6의 알킬기 또는 C1~C6의 알콕시기에서 선택되는 것을 특징으로 하는 인광 물질을 제공한다.

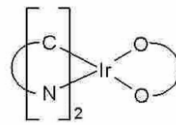
[0026] 본 발명의 인광 물질에 있어서, 상기 R1의 치환체인 알콕시기는 메톡시, 에톡시, n-프로톡시, i-프로톡시, n-부톡시, i-부톡시 및 t-부톡시 중에서 선택되는 것을 특징으로 한다.

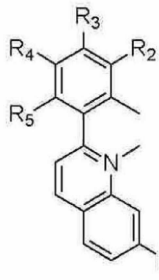
[0027] 본 발명의 인광 물질에 있어서, 상기 할로겐은 F, Cl, Br, I 중에서 선택되는 것을 특징으로 한다.

[0028] 본 발명의 인광 물질에 있어서,  는 2,4-펜테인다이온, 2,2,6,6,-테트라메틸헵테인-3,5-다이온, 1,3-프

로페인다이온, 1,3-부테인다이온, 3,5-헵테인다이온, 1,1,1-트라이플루오로-2,4-펜테인다이온, 1,1,1,5,5,5-헥사플루오로-2,4-펜테인다이온 및 2,2-다이메틸-3,5-헥세인다이온 중에서 선택되는 것을 특징으로 한다.

[0029] 다른 관점에서, 본 발명은 제 1 전극과; 상기 제 1 전극과 마주보는 제 2 전극과; 상기 제 1 및 제 2 전극 사이

에 위치하는 발광물질층을 포함하고, 상기 발광물질층은  로 표시되고,  은



로 표시되며, R1은 알콕시기, 트리메틸실릴기, 트리플루오르메틸기, 할로젠 중에서 선택되고 R2, R3, R4, R5 각각은 독립적으로 수소, C1~C6의 알킬기 또는 C1~C6의 알콕시기에서 선택되는 것을 특징으로 하는 인광 물질을 포함하여 이루어지는 유기발광다이오드소자를 제공한다.

발명의 효과

[0030] 본 발명의 이리듐 착물 인광 물질에 있어서, 리간드의 퀴놀린 부분에 알콕시기, 트리메틸실릴기, 트리플루오르메틸기, 할로젠 중 어느 하나가 치환되고, 페닐 부분에 알킬기 또는 알콕시기가 치환됨으로써, 색순도, 발광효율 및 수명 측면에서 모두 장점을 갖는다.

[0031] 또한, 인광 물질을 이용하는 유기발광다이오드소자는 표시 품질이 향상되고 발광 효율 상승에 따라 저전압 구동이 가능한 효과를 갖는다.

도면의 간단한 설명

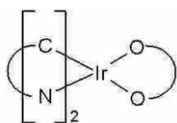
[0032] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 유기발광다이오드소자의 개략적인 단면도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0033] 이하, 본 발명에 따른 인광 물질의 구조 및 그 합성예와, 이를 이용한 유기발광다이오드소자에 대해 설명한다.

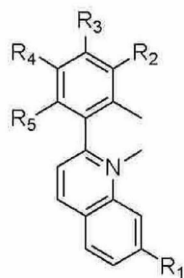
[0034] 본 발명의 인광 물질은 이리듐 착물이며 하기 화학식2로 표시되고, 하기 화학식2에서  은 하기 화학식3으로 표시된다.

[0035] 화학식2



[0036]

[0037] 화학식3



[0038]

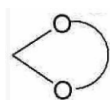
[0039] 즉, 이리듬 착물의 리간드에 있어서, 퀴놀린 부분의 4번 위치(질소(N) 기준)에 알콕시기, 트리메틸실릴기, 트리플루오르메틸기, 할로젠 중 어느 하나가 치환되며, 벤젠 고리에 C1~C6의 알킬기 또는 C1~C6의 알콕시기가 치환될 수 있다.

[0040]

다시 말해, 상기 화학식3에서 R1은 알콕시기, 트리메틸실릴기, 트리플루오르메틸기, 할로젠 중에서 선택되며, 상기 화학식4에서 R2, R3, R4, R5 각각은 독립적으로 수소, C1~C6의 알킬기 또는 C1~C6의 알콕시기에서 선택된다. R2, R3, R4 및 R5는 같거나 서로 다를 수 있다.

[0041]

상기 알콕시기는 메톡시, 에톡시, n-프로톡시, i-프로톡시, n-부톡시, i-부톡시 및 t-부톡시 중에서 선택될 수 있으며, 상기 할로젠은 F, Cl, Br, I 중에서 선택될 수 있다.



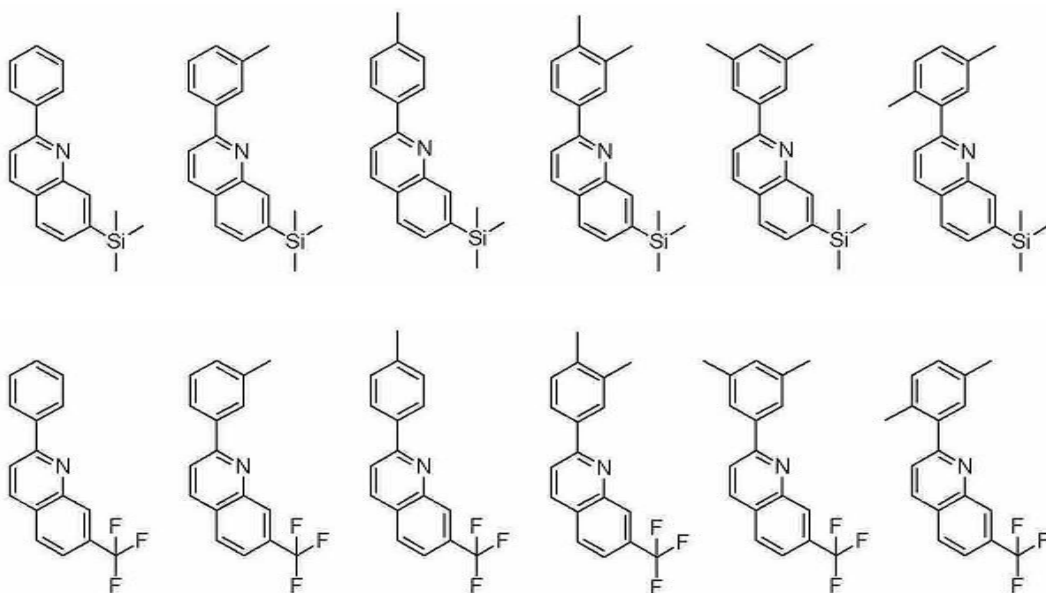
[0042]

또한, 상기 화학식2에서 는 2,4-펜테인다이온, 2,2,6,6-테트라메틸헵테인-3,5-다이온, 1,3-프로페인다이온, 1,3-부테인다이온, 3,5-헵테인다이온, 1,1,1-트라이플루오로-2,4-펜테인다이온, 1,1,1,5,5,5-헥사플루오로-2,4-펜테인다이온 및 2,2-다이메틸-3,5-헥세인다이온 중에서 선택될 수 있다.

[0043]

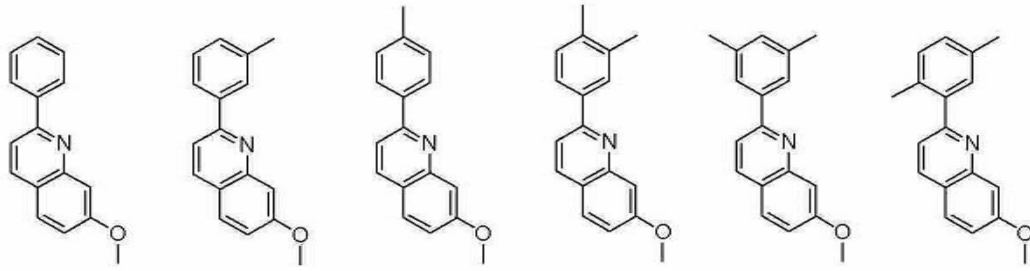
상기 화학식3에 표시된 리간드는 하기 화학식4에 표시되는 물질 중 어느 하나일 수 있다.

[0044] 화학식4

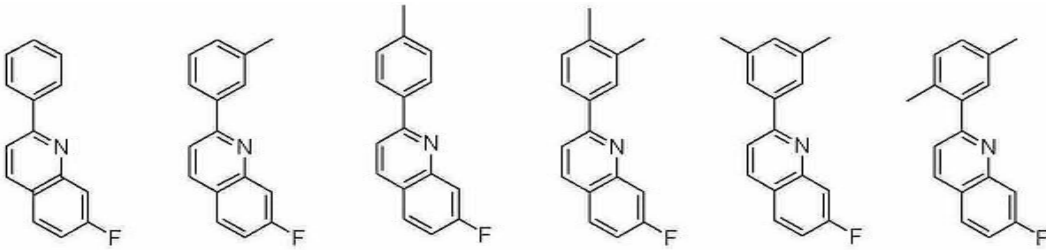


[0045]

[0046]



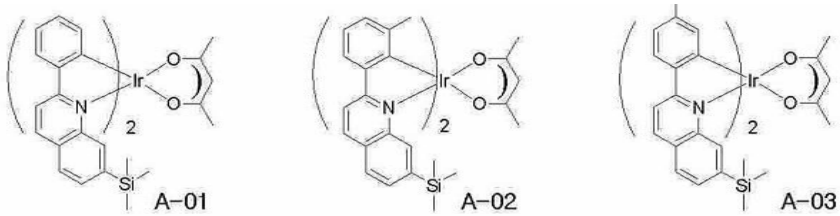
[0047]



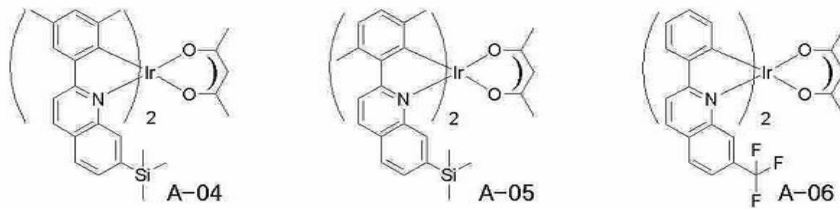
[0048]

[0049] 또한, 상기 화학식2에 표시된 본 발명의 실시예에 따른 인광 물질은 하기 화학식5에 표시된다.

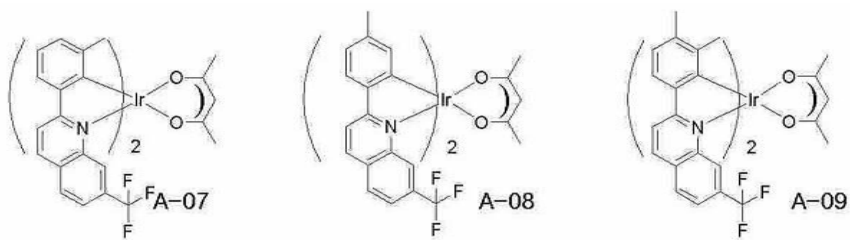
[0050] 화학식5



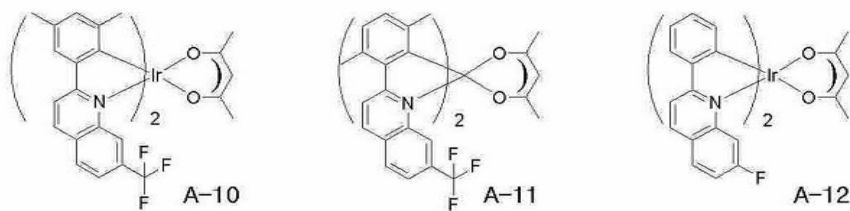
[0051]



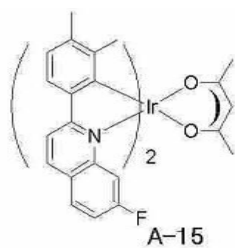
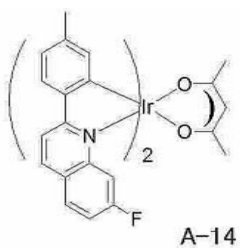
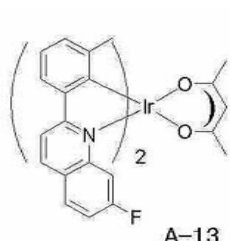
[0052]



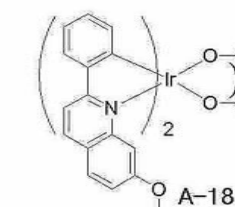
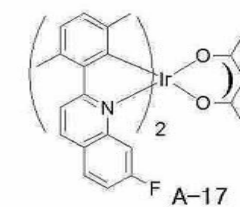
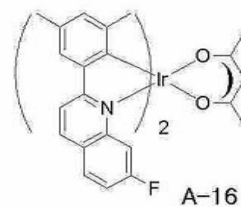
[0053]



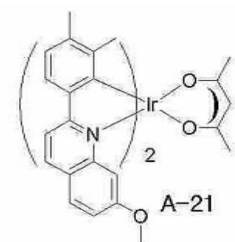
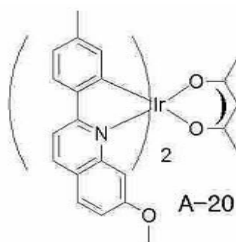
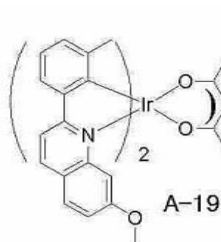
[0054]



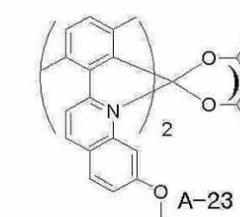
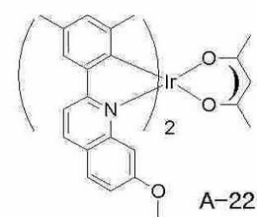
[0055]



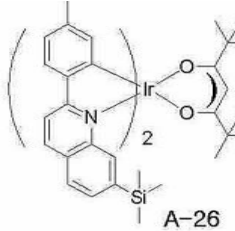
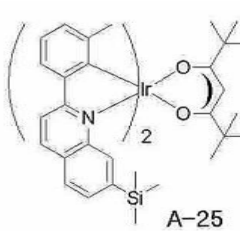
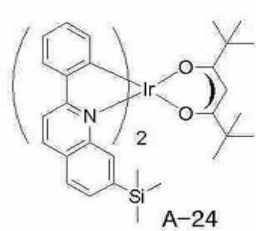
[0056]



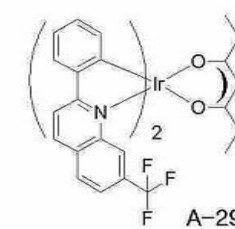
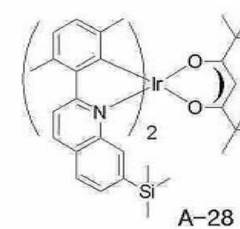
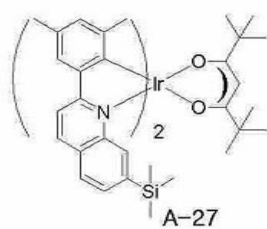
[0057]



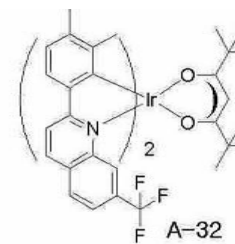
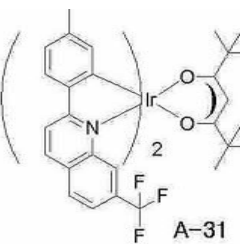
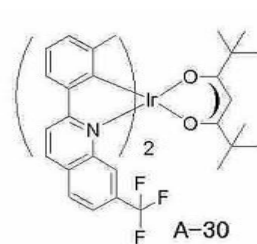
[0058]



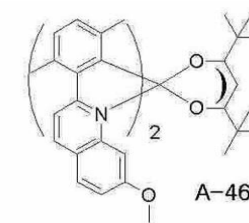
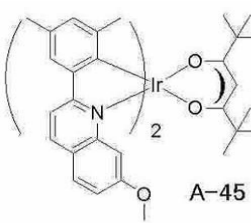
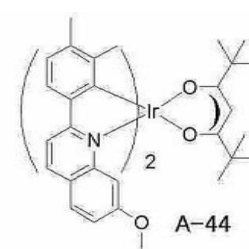
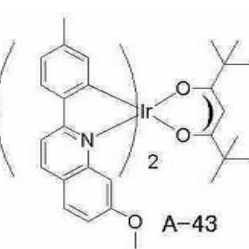
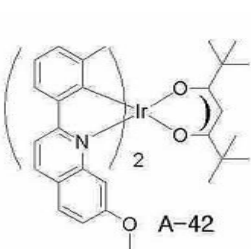
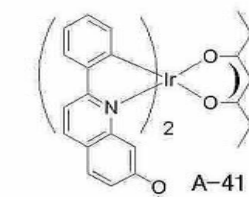
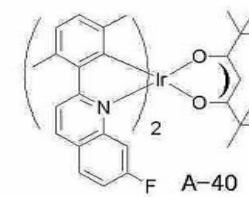
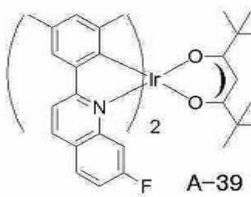
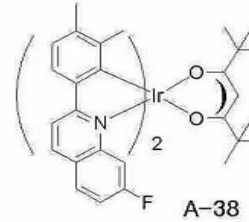
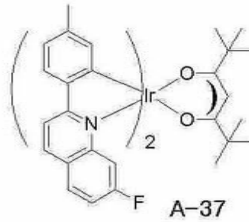
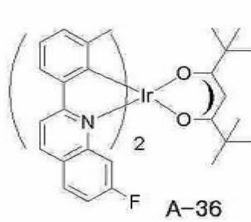
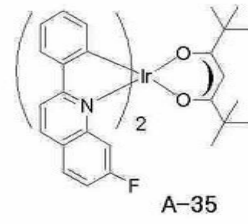
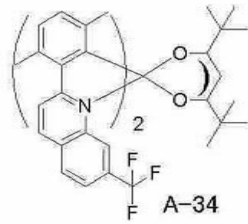
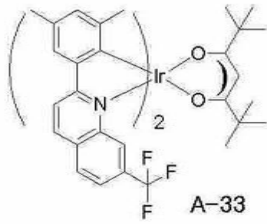
[0059]



[0060]



[0061]



전술한 이리듐 착물 인광 물질은 페닐 퀴놀린 리간드의 퀴놀린 부분 4번 위치에 알콕시기, 트리메틸실릴기, 트리플루오르메틸기, 할로젠 중 어느 하나가 치환됨으로써, 색순도, 발광효율 및 수명에서 향상된 특성을 갖는다.

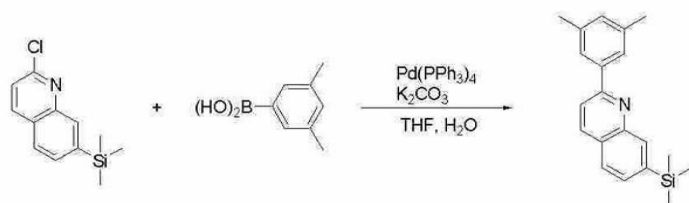
또한, 페닐 부분에 C1~C6의 알킬기 또는 C1~C6의 알콕시기가 치환됨으로써 색순도, 발광효율 및 수명 특성이 더욱 향상되며, 페닐 부분의 치환기, 즉 상기 화학식3의 R2, R3, R4, R5 중 적어도 하나가 알킬기인 경우 특성 향상은 더욱 증가한다.

이하에서는, 본 발명에 따른 인광 물 중 상기 화학식5에 A-04, A-10, A-16, A-22, A-27로 표시된 인광 물질의 합성예를 설명한다.

1. A-04의 합성

(1) 2-(3', 5' -dimethylphenyl)-7-trimethylsilylquinoline의 합성

[0072] 반응식1

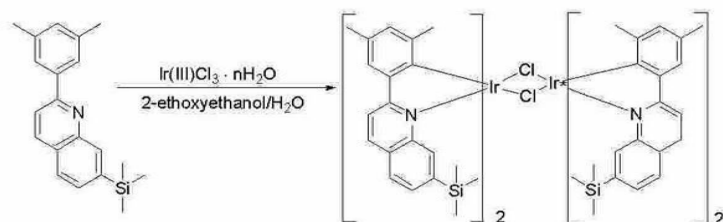


[0073]

[0074] 2구 둥근 플라스크에 2-chloro-7-trimethylsilylquinoline(5g, 0.02mol), 3,5-dimethylbenzeneboronic acid (4.1g, 0.03mol), K2CO3(8.3g), 소량의 Pd(PPh3)4를 THF/H2O(60mL/60mL)에 넣고 18시간 동안 환류(reflux)하였다. Thin-Layer Chromatography (TLC)로 반응 확인 후 실온으로 냉각하고, methylene chloride로 추출하였다. 용매를 증발시키고, silica gel column으로 정제(purification)하여 2-(3',5'-dimethylphenyl)-7-trimethylsilylquinoline (5.0g, yield :80%)을 얻었다

[0075] (2) chloro-bridged dimer complex의 합성

[0076] 반응식2

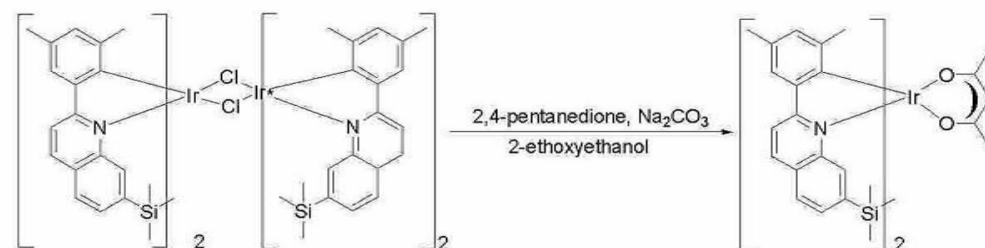


[0077]

[0078] Iridium Chloride (5mmol) 와 2-(3',5'-dimethylphenyl)-7-trimethylsilylquinoline (10mmol)을 2-ethoxyethanol : 증류수(distilled H2O) 가 3:1로 혼합된 용액(30ml)에 넣고 24시간 동안 환류시켰다. 물을 첨가하여 형성된 고체를 여과한 후 증류수로 여러 번 닦아 chloro bridged dimer complex를 얻었다.

[0079] (3) Iridium(III) (2-(3',5'-dimethylphenyl)-7-trimethylsilylquinoline-N,C2')(2,4-pentanedionate-0,0) [A-04]의 합성

[0080] 반응식3



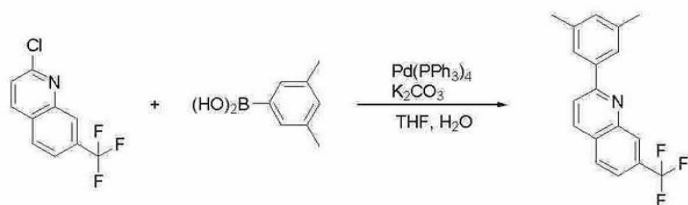
[0081]

[0082] Chloro-bridged dimer complex (1mmol), 2,4-pentanedione (3mmol)와 Na2CO3 (6mmol)을 2-ethoxyethanol (30ml)에 넣고 24시간동안 환류시켰다. 이를 상온으로 식힌 후 증류수를 첨가하여 여과 후 고체를 얻었다. 형성된 고체를 dichloromethane에 녹인 후 silica gel을 이용하여 여과하였고 dichloromethane/ methanol로 재결정하여 화합물(A-04)을 얻었다.

[0083] 2. A-10의 합성

[0084] (1) 2-(3',5'-dimethylphenyl)-7-trifluoromethylquinoline의 합성

[0085] 반응식4

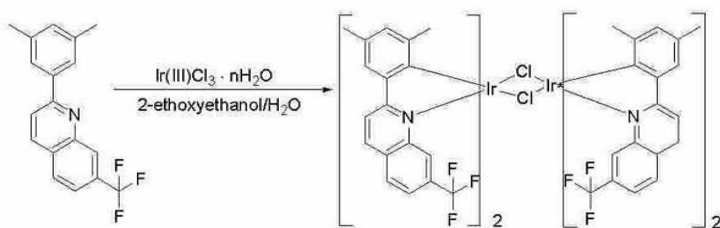


[0086]

[0087] 2구 둥근 플라스크에 2-chloro-7-trifluoromethylquinoline(5g, 0.02mol), 3,5-dimethylbenzeneboronic acid (4.1g, 0.03mol), K₂CO₃(8.3g), 소량의 Pd(PPh₃)₄를 THF/H₂O(60mL/60mL)에 넣고 18시간 동안 환류시켰다. TLC로 반응 확인 후 실온으로 냉각시키고, methylene chloride로 추출하였다. 용매를 증발시키고, silica gel column으로 정제(purification)하여 2-(3',5'-dimethylphenyl)-7-trifluoromethylquinoline (4.5g, yield :70%)을 얻었다.

[0088] (2) Chloro-bridged dimer complex의 합성

[0089] 반응식5

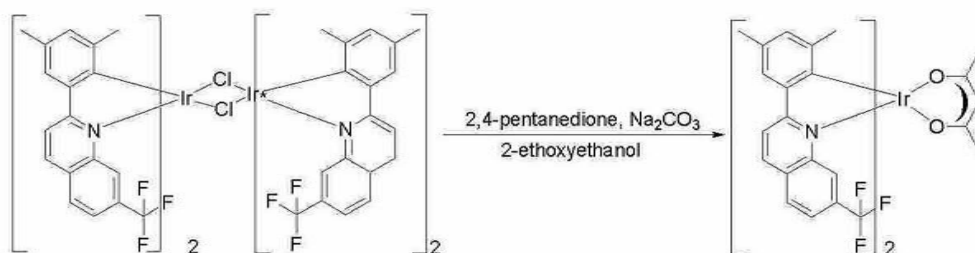


[0090]

[0091] Iridium Chloride (5mmol) 와 2-(3',5'-dimethylphenyl)-7-trifluoromethylquinoline (10mmol)을 2-ethoxyethanol : 증류수가 3:1로 혼합된 용액(30ml)에 넣고 24시간 동안 환류시켰다. 물을 첨가하여 형성된 고체를 여과한 후 증류수로 여러 번 닦아 chloro bridged dimer complex를 얻었다.

[0092] (3) Iridium(III) (2-(3',5'-dimethylphenyl)-7-trifluoromethylquinoline-N,C2')(2,4-pentanedionate-0,0) [A-10]의 합성

[0093] 반응식6



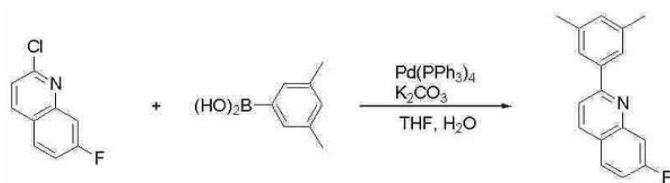
[0094]

[0095] Chloro-bridged dimer complex (1mmol), 2,4-pentanedione (3mmol)와 Na₂CO₃ (6mmol)을 2-ethoxyethanol (30ml)에 넣고 24시간동안 환류시켰다. 이를 상온으로 식힌 후 증류수를 첨가하여 여과 후 고체를 얻었다. 형성된 고체를 dichloromethane에 녹인 후 silica gel을 이용하여 여과하였고 dichloromethane/ methanol로 재결정하여 화합물(A-10)을 얻었다.

[0096] 3. A-16의 합성

[0097] (1) 2-(3',5'-dimethylphenyl)-7-fluoroquinoline의 합성

[0098] 반응식7

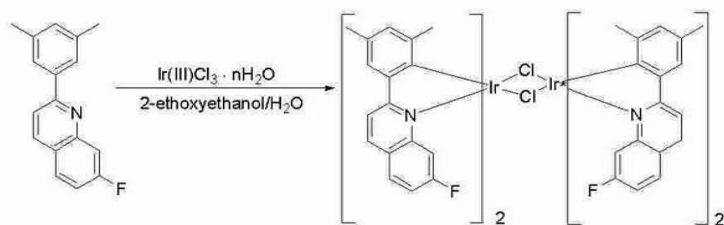


[0099]

[0100] 2구 둥근 플라스크에 2-chloro-7-fluoroquinoline(4.7g, 0.02mol), 3,5-dimethylbenzeneboronic acid (4.1g, 0.03mol), K₂CO₃(8.3g), 소량의 Pd(PPh₃)₄를 THF/H₂O(60mL/60mL)에 넣고 18시간 동안 환류시켰다. TLC로 반응 확인 후 실온으로 냉각시킨 다음, methylene chloride로 추출하였다. 용매를 증발시키고, silica gel column으로 정제(purification)하여 2-(3',5'-dimethylphenyl)-7-fluoroquinoline (4.8, yield :80%)을 얻었다.

[0101] (2) Chloro-bridged dimer complex의 합성

[0102] 반응식8

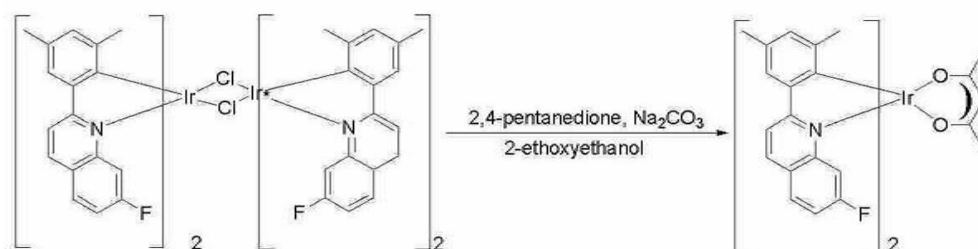


[0103]

[0104] Iridium Chloride (5mmol) 와 2-(3',5'-dimethylphenyl)-7-fluoroquinoline (10mmol)을 2-ethoxyethanol : 증류수가 3:1로 혼합된 용액(30ml)에 넣고 24시간 동안 환류시켰다. 물을 첨가하여 형성된 고체를 여과한 후 증류수로 여러 번 닦아 chloro bridged dimer complex를 얻었다.

[0105] (3) Iridium(III) (2-(3',5'-dimethylphenyl)-7-fluoroquinoline-N,C2')(2,4-pentanedionate-0,0) [A-16]의 합성

[0106] 반응식9



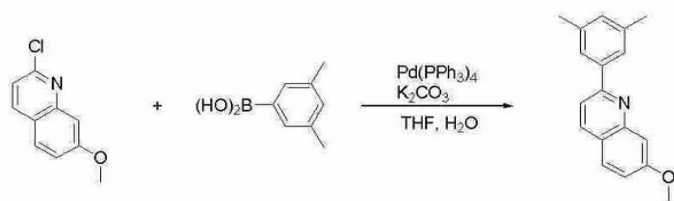
[0107]

[0108] Chloro-bridged dimer complex (1mmol), 2,4-pentanedione (3mmol)와 Na₂CO₃ (6mmol)을 2-ethoxyethanol (30ml)에 넣고 24시간동안 환류시켰다. 이를 상온으로 식힌 후 증류수를 첨가하여 여과 후 고체를 얻었다. 형성된 고체를 dichloromethane에 녹인 후 silica gel을 이용하여 여과하였고 dichloromethane/ methanol로 재결정하여 화합물(A-16)을 얻었다.

[0109] 4. A-22의 합성

[0110] (1) 2-(3',5'-dimethylphenyl)-7-methoxyquinoline의 합성

[0111] 반응식10

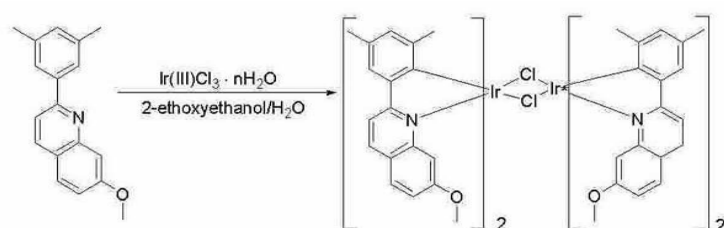


[0112]

[0113] 2구 둥근 플라스크에 2-chloro-7-methoxyquinoline(4.8g, 0.02mol), 3,5-dimethylbenzeneboronic acid (4.0g, 0.03mol), K₂CO₃(8.3g), 소량의 Pd(PPh₃)₄를 THF/H₂O(60mL/60mL)에 넣고 18시간 동안 환류시켰다. TLC로 반응 확인 후 실온으로 냉각하고, methylene chloride로 추출하였다. 용매를 증발시키고, silica gel column으로 정제(purification)하여 2-(3',5'-dimethylphenyl)-7-methoxyquinoline (4.7g, yield :80%)을 얻었다.

[0114] (2) Chloro-bridged dimer complex의 합성

[0115] 반응식11

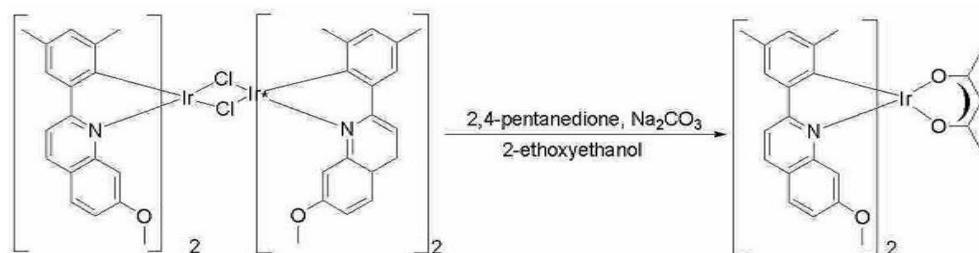


[0116]

[0117] Iridium Chloride (5mmol) 와 2-(3',5'-dimethylphenyl)-7-methoxyquinoline (10mmol)을 2-ethoxyethanol : 증류수가 3:1로 혼합된 용액(30ml)에 넣고 24시간 동안 환류시켰다. 물을 첨가하여 형성된 고체를 여과한 후 증류수로 여러 번 닦아 chloro bridged dimer complex를 얻었다.

[0118] (3) Iridium(III) (2-(3',5'-dimethylphenyl)-7-methoxyquinoline-N,C2')(2,4-pentanedionate-0,0) [A-22]의 합성

[0119] 반응식12

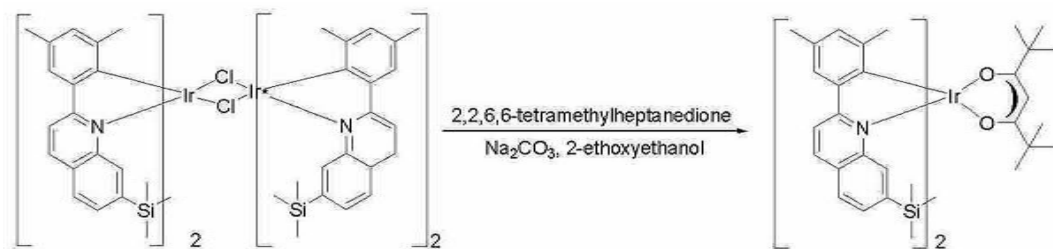


[0120]

[0121] Chloro-bridged dimer complex (1mmol), 2,4-pentanedione (3mmol)와 Na₂CO₃ (6mmol)을 2-ethoxyethanol (30ml)에 넣고 24시간동안 환류시켰다. 이를 상온으로 식힌 후 증류수를 첨가하여 여과 후 고체를 얻었다. 형성된 고체를 dichloromethane에 녹인 후 silica gel을 이용하여 여과하였고 dichloromethane/ methanol로 재결정하여 화합물(A-22)을 얻었다.

[0122] 5. A-27의 합성

[0123] 반응식13



[0124]

[0125] 상기 반응식3을 통해 얻은 chloro-bridged dimer complex (1mmol), 2,2,6,6-tetramethylheptanedione (3mmol)와 Na₂CO₃ (6mmol)을 2-ethoxyethanol (30ml)에 넣고 24시간동안 환류시켰다. 이를 상온으로 식힌 후 증류수를 첨가하여 여과후 고체를 얻었다. 형성된 고체를 dichloromethane에 녹인 후 silica gel을 이용하여 여과하였고 dichloromethane/ methanol로 재결정하여 화합물(A-27)을 얻었다.

[0126] 이하, 상기한 본 발명의 인광 물질을 이용하여 유기발광다이오드소자를 제작하는 실험예1 내지 실험예5와 비교예1 내지 6을 통해, 본 발명에 의한 적색 물질 및 이를 이용한 유기발광다이오드소자의 성능을 비교 설명한다.

[0127] 실험예1

[0128] 인듐-틴-옥사이드(ITO)층의 발광 면적이 3mm X 3mm 크기가 되도록 패터닝한 후 세정하였다. 진공 챔버의 압력이 약 1×10^{-6} torr인 상태에서 상기 ITO 층 상에 CuPC (200Å), NPD(400Å), Ba1q+ A-04 (5%)(200Å), Alq3(300Å), LiF(5Å), Al(1000Å)의 순서로 성막하였다.

[0129] 0.9mA에서 1950cd/m²(5.5V)를 나타내었으며 이때 CIE x = 0.660, y = 0.322를 나타내었다. 수명(초기휘도의 반)은 2000cd/m²에서 6000시간이었다.

[0130] 실험예2

[0131] 인듐-틴-옥사이드(ITO)층의 발광 면적이 3mm X 3mm 크기가 되도록 패터닝한 후 세정하였다. 진공 챔버의 압력이 약 1×10^{-6} torr인 상태에서 상기 ITO 층 상에 CuPC (200Å), NPD(400Å), Ba1q+A-10 (5%)(200Å), Alq3(300Å), LiF(5Å), Al(1000Å)의 순서로 성막하였다.

[0132] 0.9mA에서 1750cd/m²(5.5V)를 나타내었으며 이때 CIE x = 0.661, y = 0.323를 나타내었다. 수명(초기휘도의 반)은 2000cd/m²에서 5500시간이었다.

[0133] 실험예3

[0134] 인듐-틴-옥사이드(ITO)층의 발광 면적이 3mm X 3mm 크기가 되도록 패터닝한 후 세정하였다. 진공 챔버의 압력이 약 1×10^{-6} torr인 상태에서 상기 ITO 층 상에 CuPC (200Å), NPD(400Å), Ba1q+A-16 (5%)(200Å), Alq3(300Å), LiF(5Å), Al(1000Å)의 순서로 성막하였다.

[0135] 0.9mA에서 1732cd/m²(5.4V)를 나타내었으며 이때 CIE x = 0.660, y = 0.332를 나타내었다. 수명(초기휘도의 반)은 2000cd/m²에서 5500시간이었다.

[0136] 실험예4

[0137] 인듐-틴-옥사이드(ITO)층의 발광 면적이 3mm X 3mm 크기가 되도록 패터닝한 후 세정하였다. 진공 챔버의 압력이 약 1×10^{-6} torr인 상태에서 상기 ITO 층 상에 CuPC (200Å), NPD(400Å), Ba1q+A-22 (5%)(200Å), Alq3(300Å), LiF(5Å), Al(1000Å)의 순서로 성막하였다.

[0138] 0.9mA에서 1890cd/m²(5.4V)를 나타내었으며 이때 CIE x = 0.662, y = 0.331를 나타내었다. 수명(초기휘도의 반)은 2000cd/m²에서 6000시간이었다.

[0139] 실험예5

[0140] 인듐-틴-옥사이드(ITO)층의 발광 면적이 3mm X 3mm 크기가 되도록 패터닝한 후 세정하였다. 진공 챔버의 압력이

약 1×10^{-6} torr인 상태에서 상기 ITO 층 상에 CuPC (200 Å), NPD(400 Å), BaIq+A-27 (5%)(200 Å), Alq3(300 Å), LiF(5 Å), Al(1000 Å)의 순서로 성막하였다.

[0141] 0.9mA에서 2001cd/m²(5.5V)를 나타내었으며 이때 CIE x = 0.662, y = 0.323를 나타내었다. 수명(초기휘도의 반)은 2000cd/m²에서 6500시간이었다.

[0142] 비교예1

[0143] 인듐-틴-옥사이드(ITO)층의 발광 면적이 3mm X 3mm 크기가 되도록 패터닝한 후 세정하였다. 진공 챔버의 압력이 약 1×10^{-6} torr인 상태에서 상기 ITO 층 상에 CuPC (200 Å), NPD(400 Å), BA1q+(상기 화학식1-4의 물질)(7%)(200 Å), Alq3(300 Å), LiF(5 Å), Al(1000 Å)의 순서로 성막하였다.

[0144] 0.9mA에서 1173cd/m²(6.0V)를 나타내었으며 이때 CIE x = 0.606, y = 0.375를 나타내었다. 수명(초기휘도의 반)은 2000cd/m²에서 4000시간이었다.

[0145] 비교예2

[0146] 인듐-틴-옥사이드(ITO)층의 발광 면적이 3mm X 3mm 크기가 되도록 패터닝한 후 세정하였다. 진공 챔버의 압력이 약 1×10^{-6} torr인 상태에서 상기 ITO 층 상에 CuPC (200 Å), NPD(400 Å), BA1q+(상기 화학식1-5의 물질)(7%)(200 Å), Alq3(300 Å), LiF(5 Å), Al(1000 Å)의 순서로 성막하였다.

[0147] 0.9mA에서 780cd/m²(7.5V)를 나타내었으며 이때 CIE x = 0.659, y = 0.329를 나타내었다. 수명(초기휘도의 반)은 2000cd/m²에서 2500시간이었다.

[0148] 비교예3

[0149] 인듐-틴-옥사이드(ITO)층의 발광 면적이 3mm X 3mm 크기가 되도록 패터닝한 후 세정하였다. 진공 챔버의 압력이 약 1×10^{-6} torr인 상태에서 상기 ITO 층 상에 CuPC (200 Å), NPD(400 Å), BA1q+(상기 화학식 6-1의 물질)(7%)(200 Å), Alq3(300 Å), LiF(5 Å), Al(1000 Å)의 순서로 성막하였다.

[0150] 0.9mA에서 1190cd/m²(6.0V)를 나타내었으며 이때 CIE x = 0.609, y = 0.372 나타내었다. 수명(초기휘도의 반)은 2000cd/m²에서 4000시간이었다.

[0151] 비교예4

[0152] 인듐-틴-옥사이드(ITO)층의 발광 면적이 3mm X 3mm 크기가 되도록 패터닝한 후 세정하였다. 진공 챔버의 압력이 약 1×10^{-6} torr인 상태에서 상기 ITO 층 상에 CuPC (200 Å), NPD(400 Å), BA1q+(상기 화학식 6-2의 물질)(7%)(200 Å), Alq3(300 Å), LiF(5 Å), Al(1000 Å)의 순서로 성막하였다.

[0153] 0.9mA에서 1165cd/m²(6.1V)를 나타내었으며 이때 CIE x = 0.605, y = 0.376를 나타내었다. 수명(초기휘도의 반)은 2000cd/m²에서 3500시간이었다.

[0154] 비교예5

[0155] 인듐-틴-옥사이드(ITO)층의 발광 면적이 3mm X 3mm 크기가 되도록 패터닝한 후 세정하였다. 진공 챔버의 압력이 약 1×10^{-6} torr인 상태에서 상기 ITO 층 상에 CuPC (200 Å), NPD(400 Å), BA1q+(상기 화학식 6-3의 물질)(7%)(200 Å), Alq3(300 Å), LiF(5 Å), Al(1000 Å)의 순서로 성막하였다.

[0156] 0.9mA에서 1151cd/m²(5.9V)를 나타내었으며 이때 CIE x = 0.605, y = 0.375를 나타내었다. 수명(초기휘도의 반)은 2000cd/m²에서 3000시간이었다.

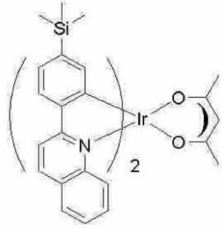
[0157] 비교예6

[0158] 인듐-틴-옥사이드(ITO)층의 발광 면적이 3mm X 3mm 크기가 되도록 패터닝한 후 세정하였다. 진공 챔버의 압력이

약 1×10^{-6} torr인 상태에서 상기 ITO 층 상에 CuPC (200Å), NPD(400Å), BA1q+(하기 화학식 6-4의 물질) (7%)(200Å), Alq3(300Å), LiF(5Å), Al(1000Å)의 순서로 성막하였다.

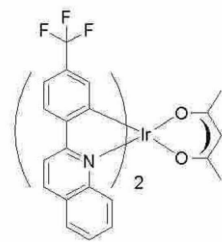
[0159] 0.9mA에서 1201cd/m²(5.9V)를 나타내었으며 이때 CIE x = 0.608, y = 0.373를 나타내었다. 수명(초기휘도의 반)은 2000cd/m²에서 4000시간이었다.

[0160] 화학식6-1



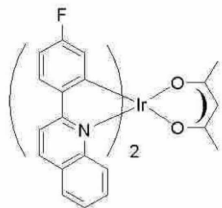
[0161]

[0162] 화학식6-2



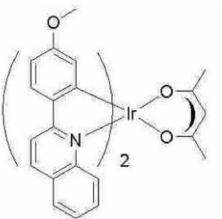
[0163]

[0164] 화학식6-3



[0165]

[0166] 화학식6-4



[0167]

[0168] 상술한 실험예1 내지 5와 비교예1 내지 6의 실험결과를 아래 표1에 나타내었다. 여기서, 전압의 단위는 [V], 전류의 단위는 [mA], 휘도의 단위는 [cd/m²], 전류효율의 단위는 [cd/A], 전력효율의 단위는 [lm/W], 수명의 단위는 [hr]이다.

표 1

	전압	전류	휘도	전류효율	전력효율	CIE(X)	CIE(Y)	수명
실험예1	5.5	0.9	1950	19.5	11.1	0.660	0.322	6000
실험예2	5.5	0.9	1750	17.5	10.0	0.661	0.323	5500
실험예3	5.4	0.9	1732	17.3	10.1	0.660	0.332	5500
실험예4	5.5	0.9	1890	18.9	10.8	0.662	0.331	6000
실험예5	5.5	0.9	2001	20.0	11.4	0.662	0.323	6500
비교예1	6.0	0.9	1173	11.7	6.2	0.606	0.375	4000
비교예2	7.5	0.9	780	7.8	3.3	0.659	0.329	2500

[0169]

비교예3	6.0	0.9	1190	11.9	6.2	0.609	0.372	4000
비교예4	6.1	0.9	1165	11.6	6.0	0.605	0.376	3500
비교예5	5.9	0.9	1151	11.5	6.1	0.605	0.375	3000
비교예6	5.9	0.9	1201	12.0	6.4	0.608	0.373	4000

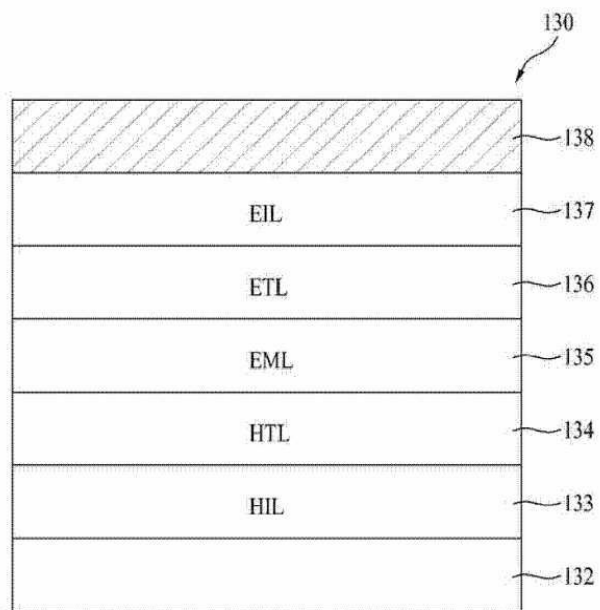
- [0170] 표1에서 보여지는 바와 같이, 실험예1 내지 5는 휘도, 전류효율, 전력효율 및 수명이 향상되고, 우수한 색감(CIE(X), CIE(Y))을 갖는다.
- [0171] 따라서, 본 발명의 인광물질을 이용하는 유기발광다이오드소자는 표시품질, 소모 전력, 수명에서 장점을 갖는다.
- [0172] 상기한 인광 화합물을 포함하여 이루어지는 유기발광다이오드소자에 대한 일 실시예를 도 1에 도시하였다.
- [0173] 도시한 바와 같이, 유기발광다이오드소자는 서로 마주보는 제 1 및 제 2 기판(미도시)과, 상기 제 1 및 제 2 기판(미도시) 사이에 형성되어 있는 유기발광다이오드(130)를 포함한다.
- [0174] 상기 유기발광다이오드(130)는 양극 역할을 하는 제 1 전극(132), 음극 역할을 하는 제 2 전극(138) 및 상기 제 1 및 제 2 전극(132, 138) 사이에 형성되는 유기발광층으로 이루어진다.
- [0175] 상기 제 1 전극(132)은 일함수 값이 비교적 높은 물질, 예를 들어, 인듐-틴-옥사이드(ITO)로 이루어지며, 상기 제 2 전극(138)은 일함수 값이 비교적 낮은 물질, 예를 들어, 알루미늄(Al) 또는 알루미늄 합금으로 이루어진다.
- [0176] 상기 유기발광층은 발광효율을 극대화하기 위해, 다중층 구조 즉, 제 1 전극(132)으로부터 순차적으로 정공주입층(hole injection layer; HTL) (133), 정공수송층(hole transporting layer; HIL) (134), 발광물질층(emitting material layer; EML) (135), 전자수송층(electron transporting layer, ETL)(136) 및 전자주입층(electron injection layer, EIL)(137)으로 이루어질 수 있다.
- [0177] 여기서, 상기 발광물질층(135)은 상기 화학식2로 표시된 본 발명의 인광 물질을 포함하여 이루어진다.
- [0178] 예를 들어, 상기 발광물질층(135)은 본 발명의 인광 물질을 호스트 물질에 도핑하여 형성될 수 있다. 이러한 발광물질층(135)에 이용되는 이리듐 착물 인광물질은 페닐 퀴놀린 리간드의 퀴놀린 부분 4번 위치에 알콕시기, 트리메틸실릴기, 트리플루오르메틸기, 할로젠 중 어느 하나가 치환됨으로써, 색순도, 발광효율 및 수명에서 향상된 특성을 갖는다.
- [0179] 또한, 페닐 부분에 C1~C6의 알킬기 또는 C1~C6의 알콕시기가 치환됨으로써 색순도, 발광효율 및 수명 특성이 더욱 향상되며, 페닐 부분의 치환기, 즉 상기 화학식3의 R2, R3, R4, R5 중 적어도 하나가 알킬기인 경우 특성 향상은 더욱 증가한다.
- [0180] 상기에서는 본 발명의 바람직한 실시예를 참조하여 설명하였지만, 해당 기술분야의 숙련된 기술자는 하기의 특허청구범위에 기재된 본 발명의 기술적 사상 및 영역으로부터 벗어나지 않는 범위 내에서 본 발명을 다양하게 수정 및 변경시킬 수 있음을 이해할 수 있을 것이다.

부호의 설명

- [0181] 132: 제 1 전극 133: 정공주입층
 134: 정공수송층 135: 발광물질층
 136: 전자수송층 136: 전자주입층
 138: 제 2 전극

도면

도면1

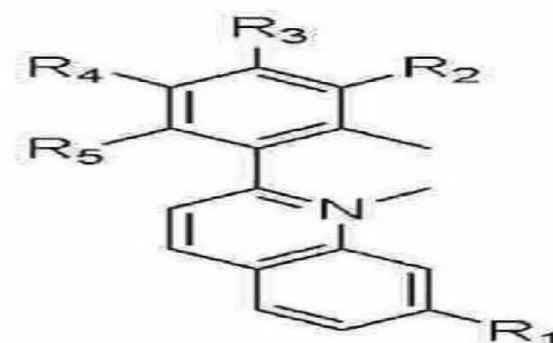


专利名称(译)	荧光粉和使用其的有机发光二极管装置		
公开(公告)号	KR1020140060974A	公开(公告)日	2014-05-21
申请号	KR1020120127993	申请日	2012-11-13
[标]申请(专利权)人(译)	乐金显示有限公司		
申请(专利权)人(译)	LG显示器有限公司		
[标]发明人	JEONG HYUN CHEOL 정현철		
发明人	정현철		
IPC分类号	C09K11/06 H01L51/50		
CPC分类号	C09K2211/185 C09K2211/1029 H01L51/0085 C07F15/0033		
其他公开文献	KR102028503B1		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明由下式(1)表示,在式(1)中由式(2)表示,在式(2)中R₁选自烷氧基,三甲基甲硅烷基,三氟甲基,卤素和R₂,R₃,R₄,R₅各自独立地选自氢,C₁-C₆的烷基或C₁-C₆的烷氧基。一级方程式 公式2 专利出版物10-2014-0060974

화학식2



대표도 - 도1