(19)대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) 。Int. Cl.[7]
C09K 11/06

(11) 공개번호 10-2004-0009557
(43) 공개일자 2004년01월31일

(21) 출원번호 10-2002-0043553
(22) 출원일자 2002년07월24일

(71) 출원인 학교법인 포항공과대학교
경북 포항시 남구 효자동 산31번지

(72) 발명자 이시우
경상북도포항시남구효자동산31번지포항공과대학교화학공학과

심정진
경상북도포항시남구효자동산31번지포항공과대학교화학공학과

크리시우크블라디슬라브브이
경상북도포항시효자동산31번지포항공과대학교전자컴퓨터공학부

트루감배바아씨아이
경상북도포항시효자동산31번지포항공과대학교전자컴퓨터공학부

(74) 대리인 장성구
오규환

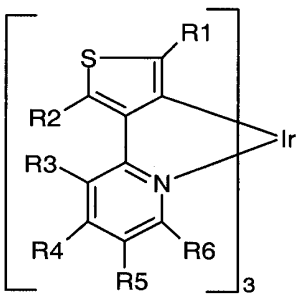
심사청구 : 있음

(54) 유기 금속 발광 화합물

요약

본 발명은 신규한 유기금속 화합물에 대한 것으로, 하기 화학식 1의 유기금속 화합물은 황색의 발광특성을 가지며 유기전기발광소자에 유용하게 사용될 수 있다.

화학식 1



상기 식에서, R1 내지 R6은 각각 수소, 할로겐, 하이드록실, 니트로, 카보닐, 카복실, 아미노, 아미드, 설포네이트, C_{1-10} 알킬, C_{6-20} 아릴 및 C_{6-20} 헤테로방향족 기로 구성된 군으로부터 독립적으로 선택된다.

대표도

도 1

명세서

도면의 간단한 설명

도 1, 2, 3 및 4는 각각 실시예 1에서 제조한 유기금속 화합물의 광발광(PL) 곡선, 자외선-가시광선(UV-VIS) 흡수 스펙트럼, 핵자기공명(NMR) 스펙트럼 및 자외선(IR) 스펙트럼이다.

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 발광특성을 갖는 유기금속 화합물, 보다 상세하게는 황색 발광특성을 보유하여 유기전기발광소자(OLED)에 사용될 수 있는 유기금속 화합물에 관한 것이다.

유기전기발광소자에 사용되는 핵심 재료는 물질구조적 측면에서 크게 두 가지, 즉 중금속을 포함하며 색소분자라 불리는 저분자 유기 소재와 π-공역의 (conjugated) 도전성 고분자 소재로 구분된다. 최근에는 저분자 유기 소재의 경우에 있어서, 스핀-궤도 결합이 커서 그 속에 단일항 여기자가 삼중항 상태로 계간교차(intersystem crossing)를 할 수 있으며 삼중항 상태의 여기자가 인광을 통하여 빛을 내는 원리를 이용하여, 적(red), 녹(green), 청(blue), 삼원색의 발광효율을 비약적으로 향상시킨 소재(예: fac-tris(2-phenylpyridine)iridium(III) [$Ir(PPy)_3$] 및 그 유도체, Inorganic Chemistry, 40, 1704 (2001))가 연구 개발되고 있다.

또한 기존의 저분자 발광 소재를 핵(core)으로 하여 그 주위에 가교그룹(branching group)과 표면그룹(surface group)으로 구성된 유기 덴드론(dendron)을 둘러싸 만든 덴드리머(dendrimer)에 관한 연구도 진행되고 있는데, 이러한 덴드리머는 한 물질이 발광 기능과 전자 수송 및 정공 수송 기능을 모두 가짐으로써 소자의 제조 공정을 획기적으로 단순화시킬 수 있다는 장점을 가지고 있다.

이 외에도 저분자 및 고분자 핵심 소재 제조와 관련하여 스타-버스트(star-burst)형 아민류, 스피로(spiro) 화합물, 공역 디엔 부분(conjugated diene moiety)을 포함하는 티오펜(thiophene) 화합물, 벤조트리아졸(benzotriazole)기를 가지는 티오펜(thiophene) 화합물, 공역 디에닐 티오펜 올리고머(conjugated dienyl thiophene oligomer), 벤조트리아졸(benzotriazole)을 포함하는 폴리티오펜(polythiophene)류, 기타 헤테로계를 포함하는 폴리티오펜(polythiophene)류 등도 연구되고 있다. 특허공개 제2001-0050326호는 쿼터티오펜올리고머를 주성분으로 하는 올리고티오펜 양단에 아미노에틸기를 붙인 형태의 발광유기염료를 개시하고 있다.

위에서 살펴본 바와 같이, 유기발광소자 재료의 개발에 있어 급격한 발전이 계속되고 있으며, 소자의 용도를 보다 확대하기 위한 발광 효율 및/또는 내구성을 향상시키거나 전색 디스플레이의 개발을 위한 재료의 개발이 적극적으로 이루어지고 있다.

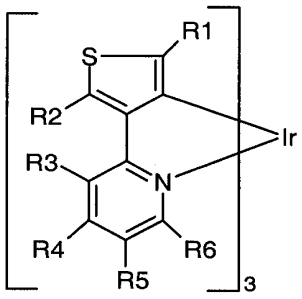
발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명은 삼중항 상태의 여기자가 인광을 통하여 빛을 내는 원리를 이용하여 유기전기발광소자의 발광효율을 향상시킬 수 있는 새로운 유기금속 화합물의 개발에 그 목적이 있다.

발명의 구성 및 작용

본 발명에서는 상기 목적을 달성하기 위해 하기 화학식 1의 유기금속 화합물을 제공한다.

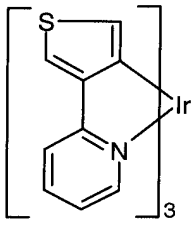
화학식 1



상기 식에서, R1 내지 R6는 각각 수소, 할로겐, 하이드록실, 니트로, 카보닐, 카복실, 아미노, 아미드, 설포네이트, C_{1-10} 알킬, C_{6-20} 아릴 및 C_{6-20} 헤테로방향 족 기로 구성된 군으로부터 독립적으로 선택된다.

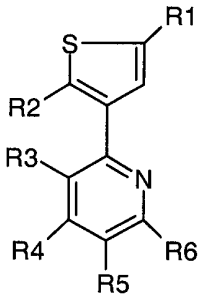
본 발명의 바람직한 실시예에 의하면, 상기 화학식 1의 화합물을 대표할 수 있는 유기 금속 화합물은 하기 화학식 2로 표시되는 2-(3-티에닐)피리딘(2-(3-thienyl)pyridine) 이리듐 착화합물이다.

화학식 2



본 발명에 의한 유기금속 화합물들은 하기 화학식 3의 리간드 화합물과 금속 전구체를 반응시켜 얻을 수 있다.

화학식 3



상기 식에서, R1 내지 R6은 화학식 1에서 정의한 바와 같다.

본 발명에 의한 유기금속 화합물 제조에 사용되는 금속 전구체는 화학식 3의 화합물과 반응하여 이리듐 착화합물을 형성할 수 있는 것이면 어느 것이라도 사용 될 수 있으며 특별히 제한되지 않는다. 본 발명의 실시예에서는 편의상 이리듐금속염을 금속 전구체로 사용하였다.

본 발명에 따른 화학식 1의 유기금속 화합물은 우수한 황색 발광효율을 갖기 때문에 유기전기 발광소자의 유기발광층에 유리하게 사용될 수 있다.

본 발명에 따른 화학식 1의 유기금속 화합물이 유기발광층에 적용되는 태양은 이들을 단독으로 사용하여 유기발광층을 형성하는 것도 가능하지만 이들을 고분자나 저분자 물질에 도핑하여 형성하는 것도 가능하다.

본 발명에 의한 유기금속 화합물은 증발(evaporation)과 같은 방법에 의해 저분자 물질에 도핑되어, 양극 투명전극층 ITO/ 정공수송층/ (유기발광층 호스트 물질 + 본 발명에 의한 유기금속 화합물)/ 전자수송층/ 금속음극층의 구조를 갖는 유기발광소자, 또는 스핀코팅과 같은 방법에 의해 고분자 물질에 도핑되어 양극 투명전극층 ITO/ 완충층 / (유기발광층 호스트 고분자 + 본 발명에 의한 유기금속 화합물)/ 금속음극층의 구조를 갖는 유기발광소자 제조에 이용될 수 있다.

이하에서는 구체적인 실시예를 통해 본 발명을 보다 상세하게 설명한다. 그러나, 하기 실시예는 단지 예시에 불과한 것으로서 본 발명의 범위가 이에 한정되는 것은 아니다.

실시예 1

$IrCl_3 \cdot nH_2O$ (0.2g, 0.00067mol)와 2-(3-티에닐)피리딘 (0.35g, 0.0021mol)을 물(4ml)과 글리세롤(30ml) 혼합용액에 가하여 150°C에서 1시간동안 환류시킨 후 뜨거운 글리세롤(10ml)이 포함된 $AgCOOCF_3$ (0.47g, 0.0021 mol) 현탁액을 첨가하였다. 그 후 3시간 더 환류시켰다. 이어서, 반응혼합물을 상온으로 냉각시키고 HCl (0.1M, 100 ml)을 가해 여과하고 물로 세척하여 건조하였다. 결과물을 디클로로메탄에 용해시키고 여과한 후 용매를 제거하여 화학식 2의 $Ir(thpy)_3$ 를 얻었다. 화합물은 컬럼 크로마토그래피(SiO_2, 디클로로메탄+벤젠(1:1 v/v))를 이용하여 정제하였다(수율 23 %). 생성물의 광발광(PL) 곡선, UV-VIS 흡수 스펙트럼, 핵자기공명(NMR) 스펙트럼 및 자외선(IR) 스펙트럼을 도 1 내지 도 4에 각각 나타내었다. 도 1 내지 도 4에 의하면, 530 내지 600 nm 범위의 황색 발광 특성이 우수한 화학식 2의 화합물이 생성되었음을 확인할 수 있었다.

실시예 2

2-(3-티에닐)피리딘 대신 2-(3-티에닐)-3-메틸 피리딘을 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하여 화학식 1에서 치환기 R3가 CH_3 인 화합물을 제조하였다. 원소분석결과는 다음과 같다.

계산치: C% 50.26, H% 3.37, N% 5.86

실측치: C% 49.62, H% 3.35, N% 5.61

실시예 2에서 제조한 화합물의 광발광곡선의 최대 광발광강도에서의 파장은 563nm 로 황색 발광 특성이 있음을 확인할 수 있다.

발명의 효과

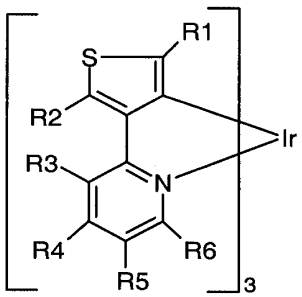
본 발명은 황색의 광발광 특성을 갖는 유기금속 화합물에 관한 것으로서, 본 발명에 의한 유기금속 화합물은 유기전기발광소자(OLED), 전계효과 트랜지스터(field effect transistor), 광다이오드(photodiode), 광기전셀(solar cell), 유기 레이저 및 레이저 다이오드(LD) 등의 발광물질로 응용될 수 있다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

하기 화학식 1로 표시되는 유기 금속 화합물:

화학식 1



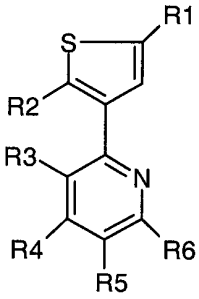
상기 식에서, R1 내지 R6은 각각 수소, 할로겐, 하이드록실, 니트로, 카보닐, 카복실, 아미노, 아미드, 설포네이트, C_{1-10} 알킬, C_{6-20} 아릴 및 C_{6-20} 헤테로방향족 기로 구성된 군으로부터 독립적으로 선택된다.

청구항 2.
제 1 항에 있어서,

화학식 1에서 R1 내지 R6이 각각 수소 또는 C_{1-10} 알킬인 것을 특징으로 하는 유기금속 화합물.

청구항 3.
하기 화학식 3의 리간드 화합물과 금속 전구체를 반응시켜 제1항의 화합물을 제조하는 방법.

화학식 3



상기 식에서, R1 내지 R6은 제1항의 화학식 1에서 정의한 바와 같다.

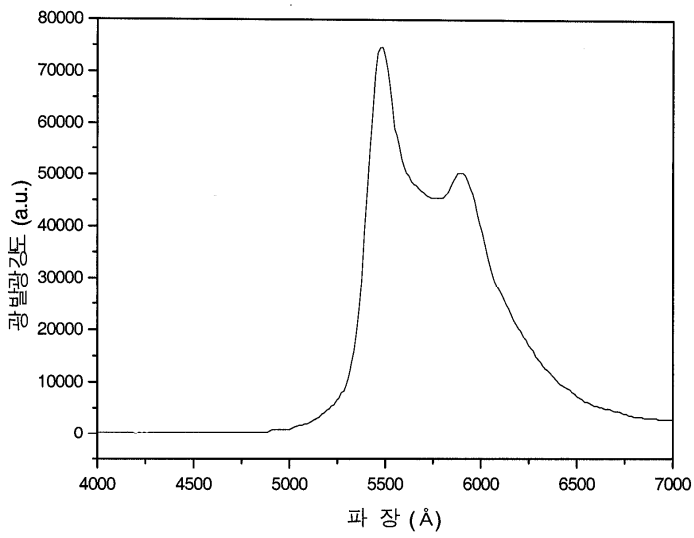
청구항 4.
제 1 항에 따른 유기금속 화합물을 발광물질로서 포함하는 유기발광층을 구비한 유기전기 발광소자.

청구항 5.
제 4 항에 있어서,

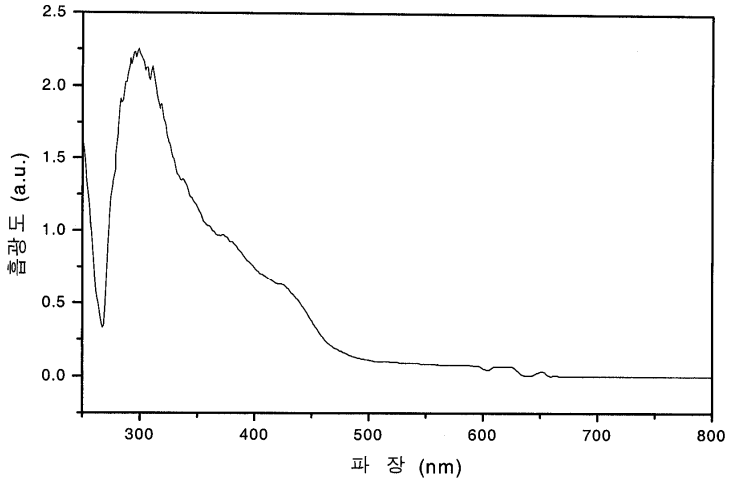
유기발광층이, 제1항에 따른 유기금속 화합물 단독으로 이루어지거나 또는 이를 도핑물질로 포함하는 것임을 특징으로 하는 유기전기 발광소자.

도면

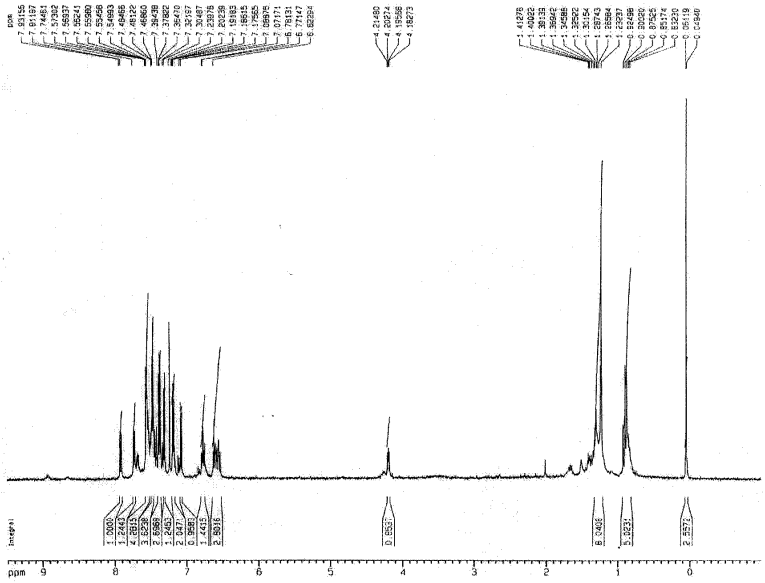
도면1



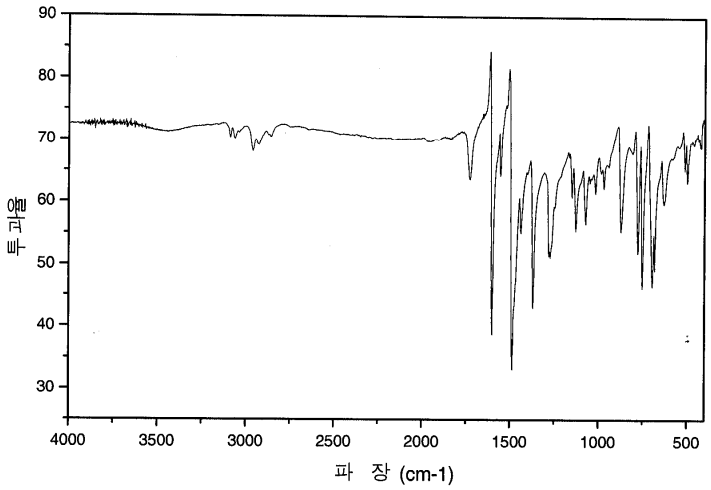
도면2


흡광도 (a.u.)
2.5
2.0
1.5
1.0
0.5
0.0
300
400
500
600
700
800
파 장 (nm)

도면3



도면4


투과율
90
80
70
60
50
40
30
4000
3500
3000
2500
2000
1500
1000
500
파 장 (cm-1)

专利名称(译)	有机金属发光化合物		
公开(公告)号	KR1020040009557A	公开(公告)日	2004-01-31
申请号	KR1020020043553	申请日	2002-07-24
[标]申请(专利权)人(译)	浦项工科大学校产学协力团 学校法人浦项工科大学		
申请(专利权)人(译)	学校法人浦项工科大学		
[标]发明人	RHEE SHIWOO 이시우 SHIM JUNG JIN 심정진 KRISYUK VLADISLAVV 크리시우크블라디슬라브브이 TURGAMBAEVA ASSIAE 트루감배바아씨아이		
发明人	이시우 심정진 크리시우크블라디슬라브브이 트루감배바아씨아이		
IPC分类号	C09K11/06		
CPC分类号	C07F15/0033 H01L51/0062 H01L51/0085 C09K11/06 H01L51/5012 H05B33/14 C09K2211/1007 C09K2211/1029 C09K2211/1092 C09K2211/185 Y10S428/917		
代理人(译)	長城. Ohgyuhwan		
其他公开文献	KR100497552B1		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

目的：提供一种新型有机金属发光化合物及其制备方法和使用该化合物的有机电致发光器件，得到发光效率提高的黄色发光化合物。组成：有机金属发光化合物由式1表示，其中R1-R6独立地为H，卤原子，OH，硝基，羰基，羧基，氨基，酰胺基，磺酸酯基，C1-C10的烷基，芳基C6-C20或C6-C20的杂芳族基团。该方法包括使式3表示的配体化合物与金属前体反应的步骤。有机电致发光器件采用含有式1化合物的有机电致发光层。©KIPO 2004