

(19)대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) 。 Int. Cl. (11) 공개번호 10-2006-0110634
C09K 11/06 (2006.01) (43) 공개일자 2006년10월25일

(21) 출원번호 10-2005-0033082

(22) 출원일자 2005년04월21일

(71) 출원인 삼성에스디아이 주식회사
경기 수원시 영통구 신동 575
재단법인서울대학교산학협력재단
서울특별시 관악구 봉천동 산 4-2

(72) 발명자 박수진
서울특별시 동대문구 답십리1동 대우아파트 103동502호
정동현
경기도 수원시 팔달구 우만동 300 주공아파트 401-906
신대엽
경기도 수원시 팔달구 우만1동 528-2 102호
진병두
경기 성남시 분당구 미금동 까치마을1단지롯데아파트 111동402호
권태혁
서울 강남구 수서동 삼익아파트 405-108
김명기
충북 제천시 신백동 203-56
홍종인
서울 관악구 신림2동 현대아파트 107-1004

(74) 대리인 신영무

심사청구 : 있음

(54) 호스트용 화합물과 도판트용 화합물이 연결된 유기 금속화합물, 이를 이용한 유기 전계 발광 소자 및 그의제조방법

요약

본 발명은 호스트용 화합물과 도판트용 화합물이 연결된 유기 금속 화합물, 이를 이용한 유기 전계 발광 소자 및 그의 제조 방법에 관한 것이다. 본 발명에 따른 유기 금속 화합물은 에너지 갭이 같거나 차이가 존재하는 호스트용 화합물과 도판트용 화합물을 연결시켜 발광 특성을 개선시키며, 또한 호스트용 화합물과 도판트용 화합물의 연결에 따른 분자량 증가로 용해성을 높일 수 있다. 이러한 호스트용 화합물과 도판트용 화합물이 연결된 유기 금속 화합물을 유기 전계 발광 소자에 적용하는 경우, 발광 효율, 휘도, 색순도 및 수명 특성을 개선시킬 수 있다.

대표도

도 1

색인어

발광 재료, 유기 금속 화합물

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 실시예 1에서 합성한 화학식 6로 표기되는 화합물의 클로로포름 용액에서의 PL (photoluminescence) 스펙트럼을 나타내는 도면이다.

도 2는 실시예 2에서 합성한 화학식 8로 표기되는 화합물의 클로로포름 용액에서의 PL (photoluminescence) 스펙트럼을 나타내는 도면이다.

도 3은 실시예 1에서 합성한 화합물과 비교예 1의 화합물의 클로로포름 용액에서의 PL (photoluminescence) 스펙트럼을 비교한 도면이다.

도 4는 실시예 2에서 합성한 화합물과 비교예 2의 화합물의 클로로포름 용액에서의 PL (photoluminescence) 스펙트럼을 비교한 도면이다.

도 5는 본 발명의 하나의 구현예에 따른 호스트용 화합물과 도판트용 화합물을 연결한 유기 금속 화합물과 호스트에 도판트를 0.02mM 농도로 별도로 도핑한 경우의 클로로포름 용액에서 PL(photoluminescence) 스펙트럼을 비교한 도면이다.

도 6은 실시예 1과 3 및 비교예 1의 화합물을 PMMM 고분자 필름에 도핑하였을 경우의 PL(photoluminescence) 스펙트럼을 비교한 것이다.

도 7은 본 발명의 하나의 구현예에 따른 유기 전계 발광 소자의 구조이다.

<도면의 주요부분에 대한 부호의 설명>

10 ... 기판 20 ... 애노드 전극

30 ... 정공 주입층 40 ... 정공 수송층

50 ... 발광층 60 ... 전자 수송층

70 ... 전자 주입층 80 ... 캐소드 전극

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 호스트용 화합물과 도판트용 화합물이 연결된 유기 금속 화합물, 이를 사용한 유기 전계 발광 소자 및 유기 전계 발광 소자의 제조방법에 관한 것이다. 보다 상세하게는 호스트용 화합물과 도판트용 화합물을 연결시켜 한 분자 내에서 호스트와 도판트 간에 에너지 전달을 가능하게 하는 유기 금속 화합물, 이를 사용한 유기 전계 발광 소자 및 유기 전계 발광 소자의 제조방법에 관한 것이다.

전기발광소자(electroluminescent device : EL 소자)는 자발광형 표시소자로 시야각이 넓고 콘트라스트가 우수할 뿐만 아니라 응답 시간이 빠르다는 장점을 가지고 있다.

EL 소자는 발광층(emitting layer) 형성용 재료에 따라 무기 EL 소자와 유기 EL 소자로 구분된다. 여기에서 유기 EL 소자는 무기 EL 소자에 비하여 휘도, 구동전압 및 응답속도 특성이 우수하고 다색화가 가능하다는 장점을 가지고 있다.

일반적인 유기 EL 소자는 기판 상부에 애노드가 형성되어 있고, 이 애노드 상부에 정공 수송층, 발광층, 전자 수송층 및 캐소드가 순차적으로 형성되어 있는 구조를 가지고 있다. 여기에서 정공 수송층, 발광층 및 전자 수송층은 유기 화합물로 이루어진 유기 박막들이다.

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

상기 애노드 및 캐소드 간에 전압을 인가하면 애노드로부터 주입된 정공은 정공 수송층을 경유하여 발광층에 이동된다. 한편, 전자는 캐소드로부터 전자 수송층을 경유하여 발광층에 주입되고 발광층 영역에서 캐리어들이 재결합하여 엑시톤(exiton)을 생성한다. 이 엑시톤이 여기 상태에서 기저 상태로 변화되고, 이로 인하여 발광층의 분자가 발광함으로써 화상이 형성된다. 발광 재료는 그 발광 메커니즘에 따라 일중항 상태의 엑시톤을 이용하는 형광 재료와 삼중항 상태를 이용하는 인광 재료로 나뉜다. 인광 재료는 일반적으로 무거운 원자를 함유하는 유기무기 화합물 구조를 가지고 있으며 무거운 원자에 의해 원래 금지 전이이던 삼중항 상태의 엑시톤이 허용 전이를 거쳐 인광 발광 하게 된다. 인광 재료는 75% 생성 확률을 갖는 삼중항 엑시톤을 사용할 수 있게 되어 25% 일중항 엑시톤을 이용하는 형광 재료보다 매우 높은 발광 효율을 가질 수 있다.

인광 재료를 이용한 발광층을 호스트 물질과 이로부터 에너지를 전이 받아 발광하는 도판트 물질로 구성되어 있는데, 도판트 물질로는 이리듐 금속 화합물을 이용한 여러 재료들이 보고 되고 있다. 이리듐 화합물을 이용한 유기 전계 발광 재료에 대한 연구로는 프린스턴 대학, 남캘리포니아 대학 등에서 이리듐(Iridium), 플래티늄(platinum) 금속 화합물을 이용한 여러 인광 재료들이 발표되고 있으나, 좀더 발광 특성이 우수하고 안정한 재료 개발이 진행되고 있다.

저분자 유기 EL 재료는 주로 증착 기술을 이용하여 소자를 구성하는 반면, 고분자 EL 재료는 스핀 코팅 등의 습식 방법을 이용하여 소자를 만들고 있다. 저분자 EL 재료는 그의 용해성이 낮기 때문에 보다 용이한 습식 공정으로 소자를 구성할 수 없으며, 고분자 EL 재료는 용해성이 높기 때문에 습식 공정을 이용하여 소자를 구성하지만, 발광 특성 특히 수명이 저분자 대비 낮다는 문제점을 가지고 있다. 따라서 증착 보다 공정이 용이한 습식 방법으로 소자를 구성할 수 있는 용해성이 높은 유기 EL 재료 이면서 저분자 수준의 발광 특성을 갖는 재료 개발이 요구되고 있다.

이에 본 발명자들은 발광 효율이 높은 저분자 유기 EL 재료를 증착 보다 공정이 용이한 습식 방법으로 소자를 구성할 수 있는 방법을 연구하면서, 도판트용 화합물에 에너지 갭이 같거나 차이가 존재하는 호스트용 화합물을 연결하는 경우 발광 효율을 증대시킬 수 있으면서 동시에 분자량 증가에 따라 용해성을 증가시킬 수 있기 때문에 습식 방법으로 소자를 구성할 수 있음을 발견하고 본 발명을 완성하였다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

따라서, 본 발명이 이루고자 하는 기술적 과제는 호스트용 화합물과 도판트용 화합물이 연결된 유기 금속 화합물을 제공하는 것이다.

또한, 본 발명이 이루고자 하는 다른 기술적 과제는 호스트용 화합물과 도판트용 화합물이 연결된 유기 금속 화합물을 사용한 유기 전계 발광 소자를 제공하는 것이다.

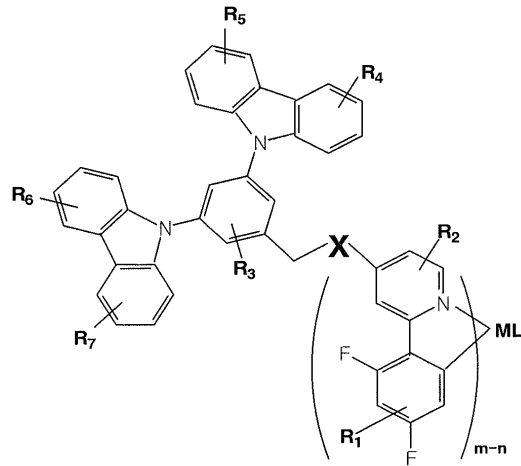
또한, 본 발명이 이루고자 하는 또 다른 기술적 과제는 호스트용 화합물과 도판트용 화합물이 연결된 유기 금속 화합물을 사용한 유기 전계 발광 소자의 제조방법을 제공하는 것이다.

발명의 구성 및 작용

따라서, 상기 첫번째 기술적 과제를 달성하기 위해, 본 발명은 에너지 갭이 같거나 차이가 존재하는 호스트용 화합물과 도판트용 화합물을 연결기에 의해 연결시킨 유기 금속 화합물을 제공한다.

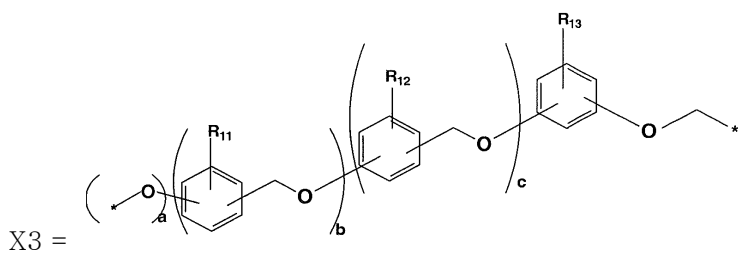
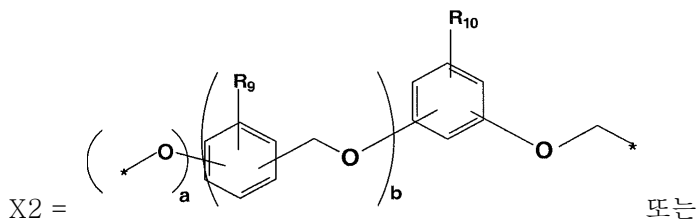
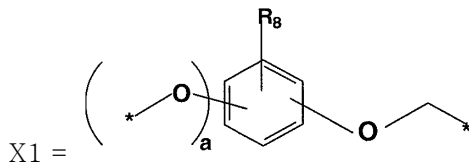
또한, 본 발명은 호스트용 화합물과 도판트용 화합물이 연결기에 의해 연결된 하기 화학식 1로 표시되는 유기 금속 화합물을 제공한다:

화학식 1



상기 식에서,

X는 다음과 같은 구조를 갖고,



R₁ 내지 R₁₃는 각각 독립적으로 일치환(mono-substituted) 또는 다치환(multi-substituted) 작용기로서, 수소, 시아노기, 히드록시기, 티올기, 할로젠 원자, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알킬기, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알콕시기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 알케닐기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴알킬기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴옥시기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴알킬기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴옥시기, 치환 또는 비치환된 C5-C30의 사이클로알킬기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로사이클로알킬기, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알킬카르보닐기, 치환 또는 비치환된 C7-C30의 아릴카르보닐기, C1-C30의 알킬티오기 또는 -Si(Z')(Z'')(Z''')(상기 식중, Z'과 Z''는 서로에 관계없이 수소 또는 C1-C30의 알킬기), -N(Z')(Z'')(상기 식중, Z'과 Z''는 서로에 관계없이 수소 또는 C1-C30의 알킬기)기이고, 또한 상기 R₁ 내지 R₁₃의 작용기중 서로 인접한 기는 서로 결합하여 고리를 형성할 수 있고,

a, b, c는 각각 1 내지 3이고;

M은 Ir, Os, Pt, Pb, Re 또는 Ru이고; 및

L는 두자리 리간드이고, m은 3이고 n은 1 또는 2이다.

상기 두 번째 기술적 과제를 달성하기 위해, 본 발명은 한 쌍의 전극 사이에 구비되어 있는 유기막을 포함하고 있는 유기 전계 발광 소자에 있어서, 상기 유기막이 호스트용 화합물과 도판트용 화합물이 연결된 유기 금속 화합물을 포함하고 있는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자를 제공하는 것이다.

또한, 상기 세 번째 기술적 과제를 달성하기 위해, 본 발명은 기판 상에 제 1 전극을 형성하는 단계; 제 1 전극 상부에 유기막을 형성하는 단계; 및 유기막 상부에 제 2 전극을 형성하는 단계를 포함하고, 상기 유기막은 호스트용 화합물과 도판트용 화합물이 연결된 유기 금속 화합물을 도핑하여 형성하는 것인 유기 전계 발광 소자의 제조방법을 제공하는 것이다.

이하, 본 발명을 더욱 상세히 설명한다.

본 발명에 따른 유기 금속 화합물은 HOMO-LOMO 간의 에너지 갭이 같거나 차이가 존재하는 호스트용 화합물과 도판트용 화합물을 연결한 유기 금속 화합물이다. 이 경우, 호스트용 화합물의 에너지 갭은 도판트용 화합물의 에너지 갭 이상이거나 또는 도판트용 화합물의 에너지 갭은 호스트용 화합물의 에너지 갭 이상일 수 있으며, 바람직하게는 호스트용 화합물과 도판트용 화합물 사이의 에너지 갭의 차이는 0 내지 400nm이어야 한 분자내에서 호스트와 도판트간의 에너지 전달이 가능해 지고, 또한 발광효율을 증대시킬 수 있다.

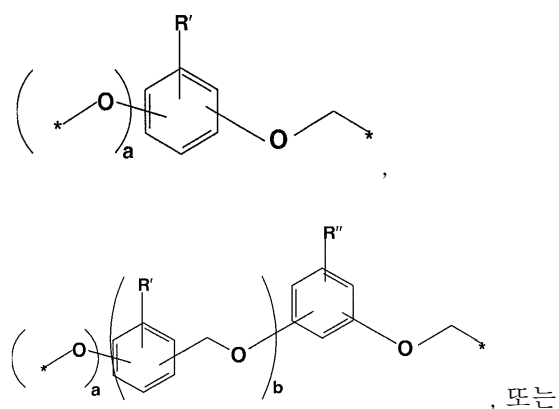
이와 같이 호스트용 화합물과 도판트용 화합물이 연결된 유기 금속 화합물은 발광특성을 우수하게 할 뿐만 아니라 분자량의 증대를 가져오기 때문에 용해성을 향상시킬 수 있다.

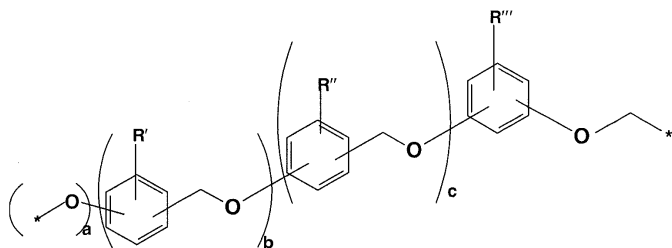
본 발명에 따른 유기 금속 화합물은 특정 연결기에 의해 호스트용 화합물과 도판트용 화합물을 연결할 수 있으며, 연결기에 따라서 도판트용 화합물에 다수개의 호스트용 화합물이 연결될 수 있다.

상기 연결기로는 호스트용 화합물과 도판트용 화합물을 연결할 경우 π -컨쥬게이션으로 연결되지 않도록 끊을 수 있는 구조이어야 하고, 또한 호스트와 도판트 간의 에너지 전달을 방해하지 않는 다작용기를 갖는 화합물이 바람직하다. 예를 들면, 산소 원자를 포함하는 화합물이 바람직하다. 구체적으로 히드로퀴논, 3,5-디히드록시벤질 알코올 등이 사용될 수 있다.

이와 같은 연결기에 의해 도판트용 화합물에 연결되는 호스트용 화합물의 수를 조절할 수 있으며, 이는 유기 전계 발광 소자에 적용시 도핑 농도를 조절할 수 있다.

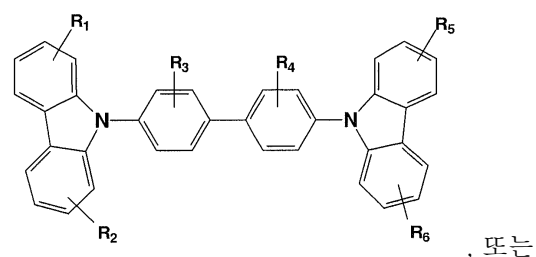
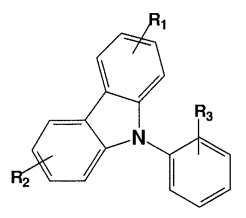
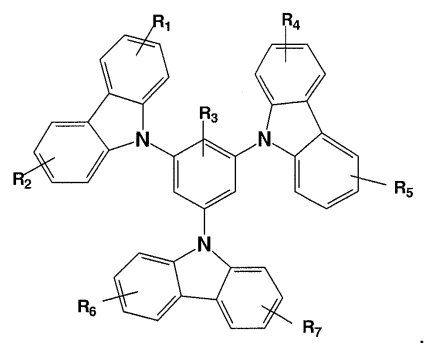
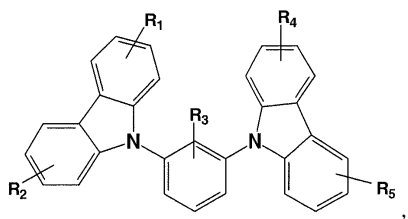
보다 구체적으로 연결기는 다음과 같은 구조를 갖는 것이 바람직하다:

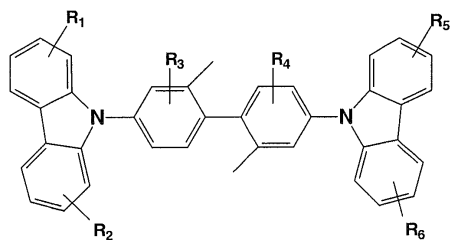




상기 식에서, R', R'' 및 R'''는 각각 독립적으로 일치환(mono-substituted) 또는 다치환(multi-substituted) 작용기로서, 수소, 시아노기, 히드록시기, 티올기, 할로젠 원자, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알킬기, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알콕시기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 알케닐기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴알킬기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴옥시기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴알킬기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴옥시기, 치환 또는 비치환된 C5-C30의 사이클로알킬기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로사이클로알킬기, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알킬카르보닐기, 치환 또는 비치환된 C7-C30의 아릴카르보닐기, C1-C30의 알킬티오기 또는 -Si(Z')(Z'')(Z''')(상기 식중, Z'과 Z''는 서로에 관계없이 수소 또는 C1-C30의 알킬기), -N(Z')(Z'')(상기 식중, Z'과 Z''는 서로에 관계없이 수소 또는 C1-C30의 알킬기) 기이고, 또한 상기 R' 내지 R'''의 작용기중 서로 인접한 기는 서로 결합하여 고리를 형성할 수 있다.

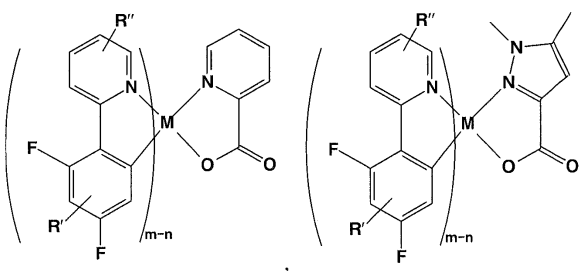
상기 호스트용 화합물로 다음과 같은 구조의 화합물이 사용될 수 있다:





상기 식에서, R_1 내지 R_7 는 각각 독립적으로 일치환(mono-substituted) 또는 다치환(multi-substituted) 작용기로서, 수소, 시아노기, 히드록시기, 티올기, 할로겐 원자, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알킬기, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알콕시기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 알케닐기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴알킬기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴옥시기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴알킬기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴옥시기, 치환 또는 비치환된 C5-C30의 사이클로알킬기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로사이클로알킬기, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알킬카르보닐기, 치환 또는 비치환된 C7-C30의 아릴카르보닐기, C1-C30의 알킬티오기 또는 $-\text{Si}(\text{Z}')(\text{Z}'')(\text{Z}''')$ (상기 식중, Z' 과 Z'' 는 서로에 관계없이 수소 또는 C1-C30의 알킬기), $-\text{N}(\text{Z}')(\text{Z}'')$ (상기 식중, Z' 과 Z'' 는 서로에 관계없이 수소 또는 C1-C30의 알킬기)기이고, 또한 상기 R_1 내지 R_7 의 작용기중 서로 인접한 기는 서로 결합하여 고리를 형성할 수 있다.

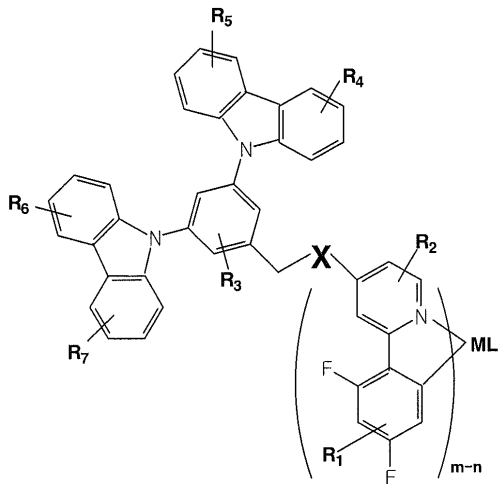
또한, 상기 도판트용 화합물로는 하기의 구조를 갖는 화합물 및 이들의 유도체가 사용될 수 있다:



상기 식에서, R' 및 R'' 각각 독립적으로 일치환(mono-substituted) 또는 다치환(multi-substituted) 작용기로서, 수소, 시아노기, 히드록시기, 티올기, 할로겐 원자, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알킬기, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알콕시기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 알케닐기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴알킬기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴옥시기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴알킬기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴옥시기, 치환 또는 비치환된 C5-C30의 사이클로알킬기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로사이클로알킬기, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알킬카르보닐기, 치환 또는 비치환된 C7-C30의 아릴카르보닐기, C1-C30의 알킬티오기 또는 $-\text{Si}(\text{Z}')(\text{Z}'')(\text{Z}''')$ (상기 식중, Z' 과 Z'' 는 서로에 관계없이 수소 또는 C1-C30의 알킬기), $-\text{N}(\text{Z}')(\text{Z}'')$ (상기 식중, Z' 과 Z'' 는 서로에 관계없이 수소 또는 C1-C30의 알킬기)기이고; M은 Ir, Os, Pt, Pb, Re 또는 Ru이고; 및 m은 3이고, n은 1 또는 2이다.

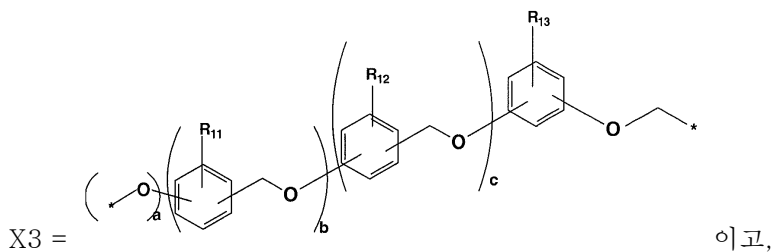
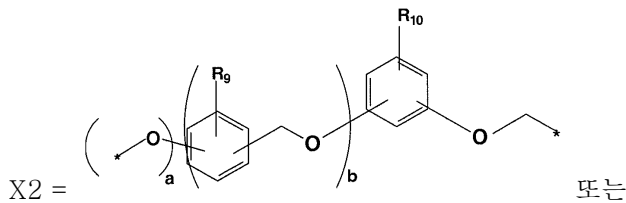
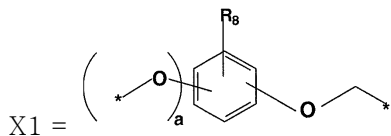
본 발명에 따른 호스트용 화합물과 도판트용 화합물을 연결한 유기 금속 화합물의 바람직한 일예는 하기 화학식 1로 표시되는 화합물이며, 이것은 발광 특성이 우수하며 표시 소자의 발색 재료로서 유용하다:

화학식 1



상기 식에서,

X는 다음과 같은 구조를 갖고,



R₁ 내지 R₁₃는 각각 독립적으로 일치환(mono-substituted) 또는 다치환(multi-substituted) 작용기로서, 수소, 시아노기, 히드록시기, 티올기, 할로젠 원자, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알킬기, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알콕시기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 알케닐기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴알킬기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴옥시기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴알킬기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴옥시기, 치환 또는 비치환된 C5-C30의 사이클로알킬기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로사이클로알킬기, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알킬카르보닐기, 치환 또는 비치환된 C7-C30의 아릴카르보닐기, C1-C30의 알킬티오기 또는 -Si(Z')(Z'')(Z''')(상기 식중, Z'과 Z''는 서로에 관계없이 수소 또는 C1-C30의 알킬기), -N(Z')(Z'')(상기 식중, Z'과 Z''는 서로에 관계없이 수소 또는 C1-C30의 알킬기)기이고, 또한 상기 R₁ 내지 R₁₃의 작용기중 서로 인접한 기는 서로 결합하여 고리를 형성할 수 있고,

a, b, c는 각각 1 내지 3이고;

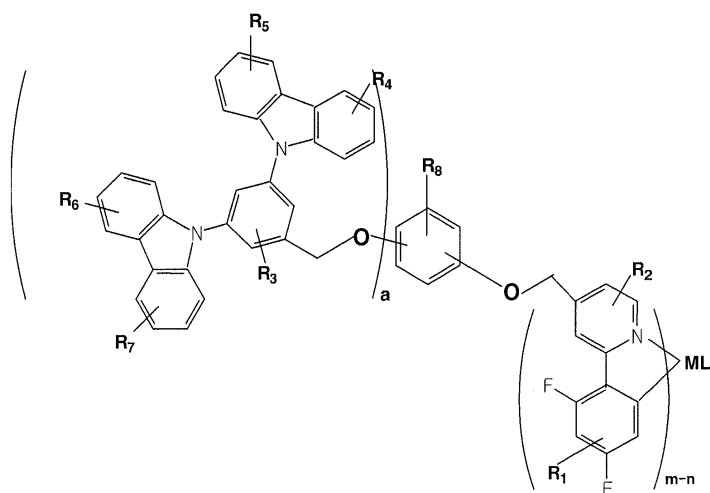
M은 Ir, Os, Pt, Pb, Re 또는 Ru이고; 및

L는 두자리 리간드이고, m은 3이고 n은 1 또는 2이다.

본 발명에 따른 상기 화학식 1의 화합물은 연결기에 따라서 하기 화학식 2 내지 4로 표시되는 대표적인 구조를 갖는다.

제 1 구조는 상기 화학식 1에서 X가 X1인 화합물로서, 하기 화학식 2로 표시된다:

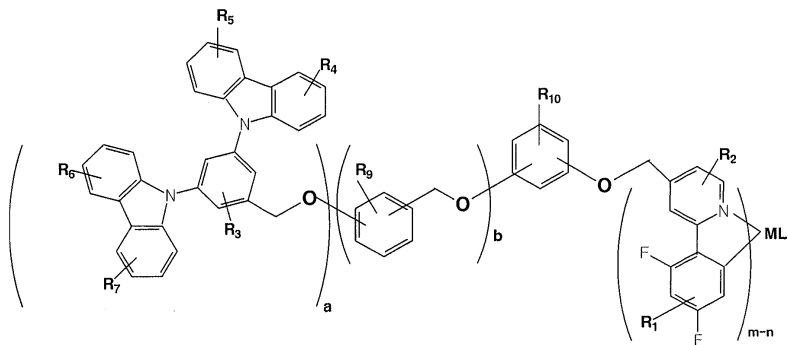
화학식 2



상기 식중, R₁ 내지 R₈은 상기 화학식 1에서 정의된 바와 같고, a, M, L, m 및 n 모두 상기 화학식 1에서 정의된 바와 같다.

제 2 구조는 상기 화학식 1에서 X가 X2인 화합물로서, 하기 화학식 3으로 표시된다.

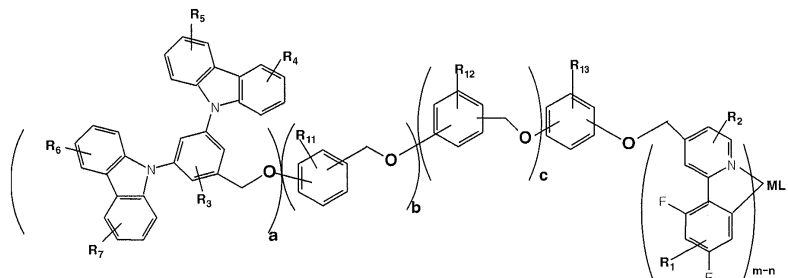
화학식 3



상기 식중, R₁ 내지 R₇, R₉ 및 R₁₀는 상기 화학식 1에서 정의된 바와 같고, a, b, M, L, m 및 n 모두 상기 화학식 1에서 정의된 바와 같다

제 3 구조는 상기 화학식 1에서 X가 X3인 화합물로서 하기 화학식 4로 표시된다.

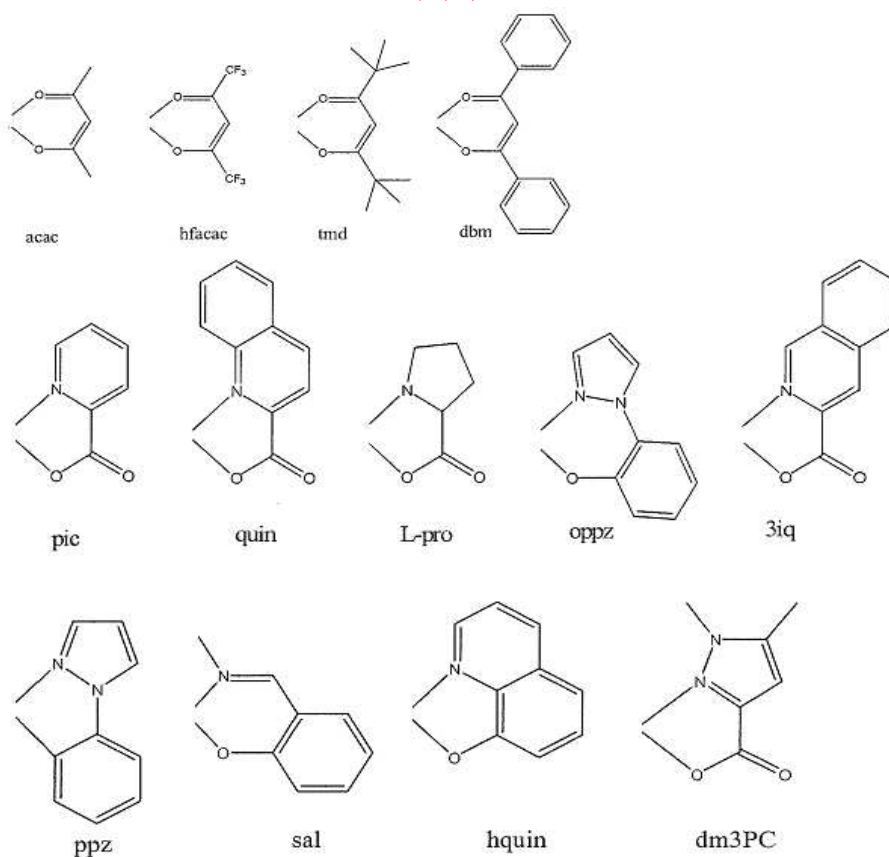
화학식 4



상기 식중, R_1 내지 R_7 , R_{11} 내지 R_{13} 은 상기 화학식 1에서 정의된 바와 같고, a, b, c, M, L, m 및 n 모두 상기 화학식 1에서 정의된 바와 같다.

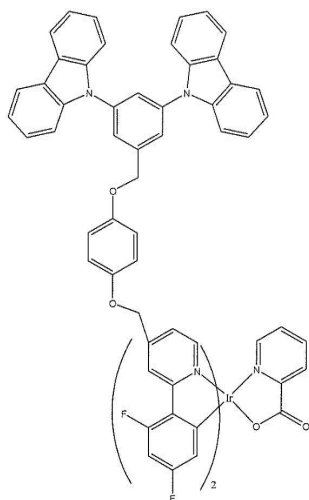
본 발명에 따른 상기 화학식 1의 화합물에서, L의 구체적인 예로는, 이것으로 제한되는 것은 아니지만, 하기 화학식 5로 표시된 바와 같은 아세틸아세토네이트(acetylacetonate: acac), 헥사플루오로아세틸아세토네이트(hexafluoroacetylacetonate: hfacac), 테트라메틸헵탄디오네이트(tetramethylheptanedionate: tmd), 디벤질메탄(dibenzoylmethane: dbm), 피콜리네이트(picolinate: pic), 퀴놀린카르복실레이트(quinolinecarboxylate: quin), α -아미노산 L-프롤린(L-pro), 1-(2-하이드록시페닐)피라졸레이트(1-(2-hydroxyphenyl)pyrazolate: oppz), 3-이소퀴놀린카르복실레이트(3-isoquinolinecarboxylate: 3iq), 페닐피라졸(phenylpyrazole: ppz), 살리실리덴(salicylidene: sal), 8-하이드록시퀴놀리네이트(8-hydroxyquinolate: hquin), 1,5-디메틸-3-피라졸카르복실레이트(1,5-dimethyl-3-pyrazolecarboxylate: dm3PC)의 형태를 포함한다.

화학식 5

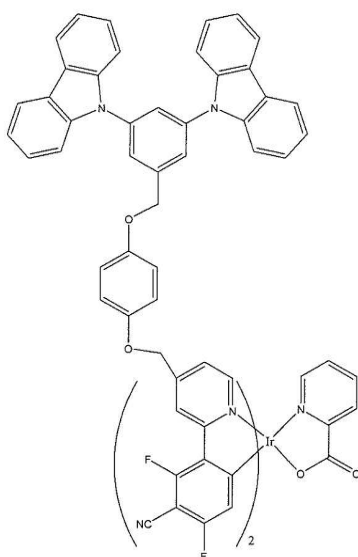


본 발명에 따른 상기 화학식 1의 화합물 중 바람직한 제 1구조는 X가 X1이고, M이 Ir이고, R_1 이 수소 또는 시아노기이고, R_2 내지 R_8 이 수소이고, a=1이고, m-n=2이고, L은 피콜리네이트 또는 1,5-디메틸-3-피라졸카르복실레이트인 하기 화학식 6 내지 9로 표시되는 유기 금속 화합물들을 포함한다:

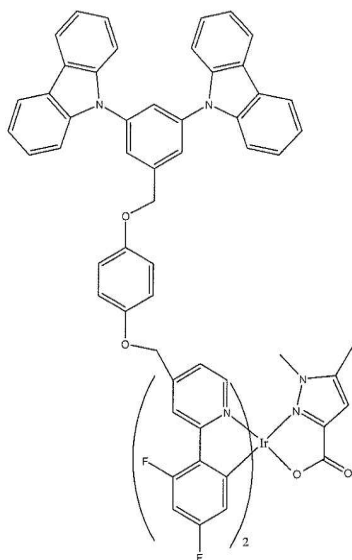
화학식 6



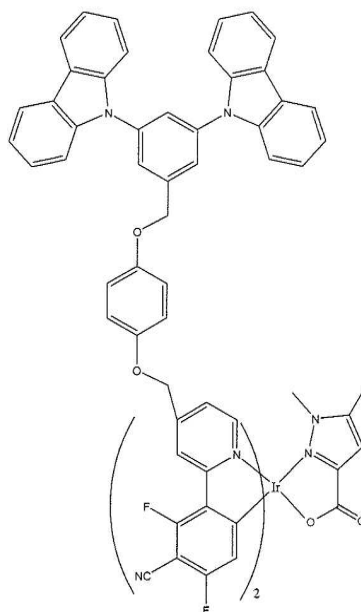
화학식 7



화학식 8

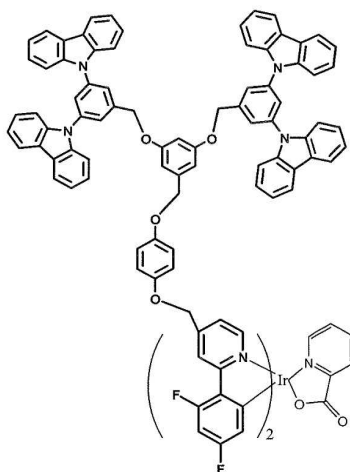


화학식 9

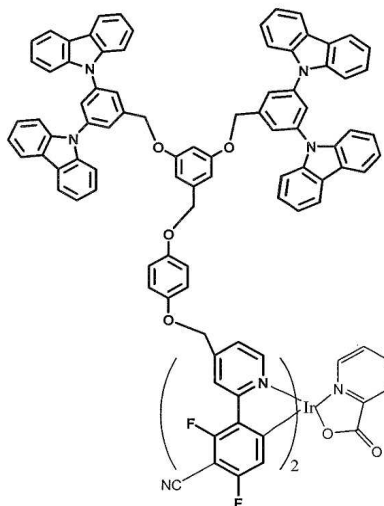


본 발명에 따른 상기 화학식 1의 화합물중 바람직한 제 2구조는 X가 X₂이고, M이 Ir이고, R₁이 수소 또는 시아노기이고, R₂ 내지 R₇ 및 R₉ 내지 R₁₀이 수소이고, a=2, b=1이고, m-n=2이고, L이 피콜리네이트인 하기 화학식 10 내지 11로 표시되는 유기 금속 화합물들을 포함한다:

화학식 10

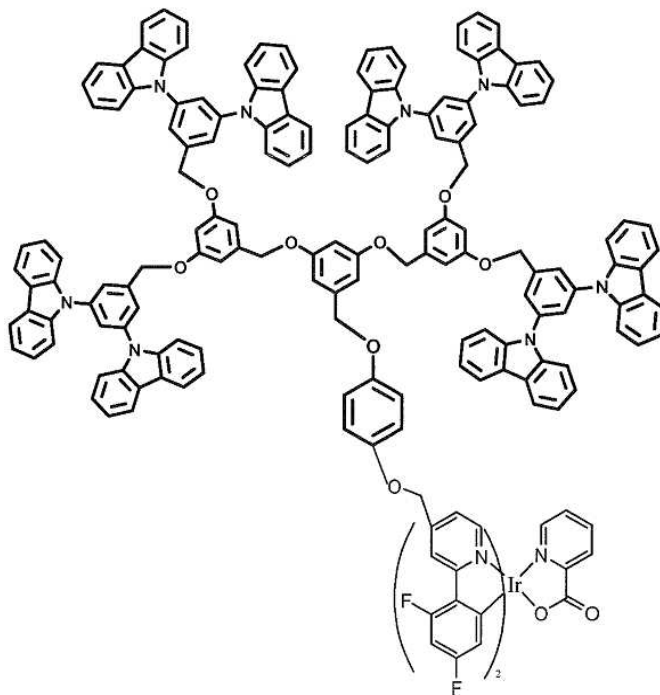


화학식 11

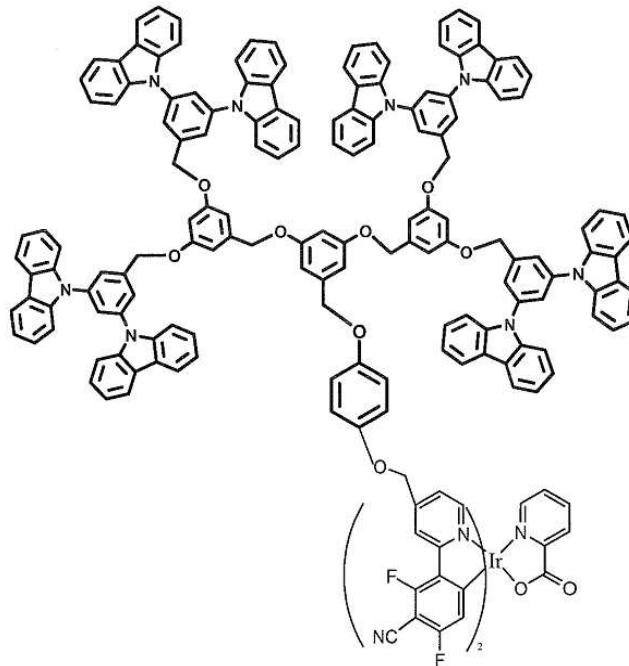


본 발명에 따른 상기 화학식 1의 화합물중 바람직한 제 3 구조는 X는 X3이고, M이 Ir이고, R₁이 수소 또는 시아노기이고, R₂ 내지 R₇ 및 R₁₁ 내지 R₁₃이 수소이고, a=2, b=2, c=1이고, m-n=2이고, L이 피콜리네이트인 하기 화학식 12 내지 13으로 표시되는 유기 금속 화합물을 포함한다:

화학식 12



화학식 13



상기 화학식에서, "비치환된 알킬기" 또는 "비치환된 알콕시"는 그의 알킬부분이 탄소수 1 내지 30개의 알킬기(예를 들면, 메틸, 에틸, 프로필, 부틸, 펜틸, 헥실, 헵틸, 옥틸, 노닐, 데실, 운데실, 도데실, 트리데실, 테트라데실, 펜타데실, 등등 및 이들의 이성체)를 의미하며, "치환된 알킬기" 또는 "치환된 알콕시"는 상술한 비치환된 알킬 부분의 수소 원자중 적어도 하나가 할로젠 원자, 히드록시기, 니트로기, 시아노기, 아미노기, 아미디노기, 히드라진, 히드라존, 카르복실기나 그의 염, 술폰 산기나 그의 염, 인산이나 그의 염, C1-C30의 알킬기, C1-C30의 알케닐기, C1-C30의 알키닐기, C6-C30의 아릴기, C7-C30의 아릴알킬기, C2-C20의 헤테로아릴기, 또는 C3-C30의 헤테로알킬기로 치환되는 것을 의미한다.

또한, "비치환된 알케닐기"는 이중 결합이 적어도 하나 이상인 탄소수 2 내지 30개의 알케닐(예를 들면, 에텐, 프로텐, 부텐, 펜텐, 헥센, 등등 및 이들의 이성체)을 의미하며, "치환된 알케닐기"는 상술한 비치환된 알케닐기의 적어도 하나의 수소 원자가 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환기로 치환되는 것을 의미한다.

"비치환된 아릴기"는 단독 또는 조합하여 사용되어, 하나 이상의 고리를 포함하는 탄소수 6 내지 30개의 방향족 탄소 고리를 의미하며 상기 고리들은 펜던트 방법으로 함께 부착되거나 또는 융합될 수 있다. "치환된 아릴기"는 비치환된 아릴기중 적어도 하나의 수소 원자가 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환기로 치환되는 것을 의미한다.

"비치환된 아릴알킬기"는 상기 정의된 바와 같은 아릴기에서 수소 원자 중 일부가 저급알킬, 예를 들어 메틸, 에틸, 프로필 등과 같은 그룹으로 치환된 것을 의미한다. "치환된 아릴알킬기"는 상기 비치환된 아릴알킬기중 하나 이상의 수소원자가 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환기로 치환되는 것을 의미한다.

"비치환된 아릴옥시기"는 상기 정의된 바와 같은 아릴기에 산소가 치환된 것, 예를 들면 페닐옥시, 나프틸렌옥시, 디페닐옥시 등을 의미한다. "치환된 아릴옥시기"는 상기 비치환된 아릴옥시기중 하나 이상의 수소원자가 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환기로 치환되는 것을 의미한다.

"비치환된 헤테로아릴기"는 N, O, P 또는 S 중에서 선택된 1, 2 또는 3개의 헤테로원자를 포함하고, 나머지 고리원자가 C 인 고리원자수 2 내지 30의 1가 모노사이클릭 또는 비사이클릭 방향족 2가 유기 화합물을 의미하며, 그의 구체적인 예로는, 티에닐, 피리딜, 퓨릴(furyl) 등이 있다. "치환된 헤테로아릴기"는 상기 비치환된 헤테로아릴기중 하나 이상의 수소 원자가 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환기로 치환되는 것을 의미한다.

"비치환된 헤테로아릴알킬기"는 상술한 헤테로아릴기의 수소 원자중 일부가 저급알킬기로 치환된 것을 의미하며, "치환된 헤테로아릴알킬기"는 상기 비치환된 헤테로아릴알킬기중 하나 이상의 수소 원자가 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환기로 치환되는 것을 의미한다.

"비치환된 헤테로아릴옥시기"는 상기 정의된 바와 같은 헤테로아릴기에 산소가 결합된 것을 의미한다. "치환된 헤테로아릴옥시기"는 상기 비치환된 헤테로아릴옥시기중 하나 이상의 수소 원자가 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환되는 것을 의미한다.

"비치환된 사이클로알킬기"는 탄소수 4 내지 30개의 1가 모노사이클릭을 의미하며, 구체적으로 사이클로헥실기, 사이클로펜틸기 등을 포함한다. "치환된 사이클로알킬기"는 상기 비치환된 사이클로알킬기중 하나 이상의 수소 원자가 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환기로 치환되는 것을 의미한다.

"비치환된 헤테로사이클로알킬기"는 N,O,P 또는 S중에서 선택된 1, 2 또는 3개의 헤테로원자를 포함하고, 나머지 고리원자가 C인 고리원자수 1 내지 30개의 1가 모노사이클릭을 의미하며, 상기 사이클로알킬기의 수소 원자 일부가 저급 알킬기로 치환된 것을 의미한다. "치환된 헤테로사이클로알킬기"는 상기 비치환된 헤테로사이클로알킬기중 하나 이상의 수소 원자가 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환기로 치환되는 것을 의미한다.

"비치환된 알킬카르보닐기"의 구체적인 예로서, 아세틸, 에틸카르보닐, 이소프로필카르보닐, 페닐카르보닐, 나프탈렌카르보닐, 디페닐카르보닐, 시클로헥실카르보닐 등이 있고, "치환된 알킬카르보닐기"는 상기 비치환된 알킬카르보닐기중 적어도 하나 이상의 수소 원자가 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환기로 치환되는 것을 의미한다.

"비치환된 아릴카르보닐기"의 구체적인 예로서, 페닐카르보닐, 나프탈렌카르보닐, 디페닐카르보닐, 등이 있고, "치환된 아릴카르보닐기"는 상기 비치환된 아릴카르보닐기중 적어도 하나 이상의 수소 원자가 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환기로 치환되는 것을 의미한다.

본 발명에 따른 상술한 화학식 1로 표시되는 유기 금속 화합물은 한 분자내 에너지 갭이 같거나 차이가 있는 호스트용 화합물과 도판트용 화합물의 연결 구조로 인하여 에너지 전달이 우수하며, 이로 인한 높은 발광 효율을 나타내며, 또한 호스트용 화합물과 도판트용 화합물의 연결에 따른 분자량 증가로 용해성을 증가시킬 수 있다.

이하, 본 발명에 따른 호스트용 화합물과 도판트용 화합물이 연결된 유기 금속 화합물을 채용한 유기 전계 발광 소자의 구조 및 제조 방법을 설명한다.

본 발명에 따른 유기 전계 발광 소자는 통상의 발광 소자의 구조를 채용할 수 있으며, 필요에 따라 구조가 변경될 수 있다. 기본적으로 유기 전계 발광 소자는 제 1 전극(애노드 전극)과 제 2 전극(캐소드 전극) 사이에 유기막(발광층)을 포함하는 구조를 가지며, 필요에 따라서, 정공 주입층, 정공 수송층, 정공 억제층, 전자 주입층 또는 전자 수송층이 더 포함될 수 있다. 본 발명의 발광 소자의 구조를 설명하기 위하여 도 7를 참조한다.

도 7를 참조하면, 본 발명에 따른 유기 전계 발광 소자는 애노드 전극(20)과 캐소드 전극(80) 사이에 발광층(50)을 포함하는 구조를 가지며, 애노드 전극(20)과 발광층(50) 사이에 정공 주입층(30)과 정공 수송층(40)을 포함하고 있으며, 또한, 발광층(50)과 캐소드 전극(80) 사이에 전자 수송층(50)과 전자 주입층(70)을 포함하고 있다.

한편, 본 발명의 일 실시 예에 따른 도 7의 유기 전계 발광 소자는 다음과 같은 공정을 통해 제조된다.

먼저 기판(10) 상부에 애노드 전극용 물질을 코팅하여 애노드 전극(20)을 형성한다. 여기서, 기판(10)으로는 이 분야에서 일반적으로 사용되는 기판을 사용할 수 있으며, 특히 투명성, 표면평활성, 취급용이성 및 방수성이 우수한 유리 기판 또는 투명 플라스틱 기판이 바람직하다. 또한, 상기 기판위에 형성된 애노드 전극용 물질로는 투명하고 전도성이 우수한 산화인듐주석(ITO), 산화주석(SnO₂), 산화아연(ZnO) 등이 사용될 수 있다.

상기 애노드 전극(20)의 상부에 정공 주입층(HIL)(30)을 선택적으로 형성한다. 이때 정공 주입층은 진공 증착 또는 스핀 코팅과 같은 통상적인 방법을 통해 형성한다. 정공 주입층용 물질로는 특별히 제한되지 않지만 CuPc(구리 프탈로시아닌) 또는 IDE 406(Idemitsu Kosan사)이 사용될 수 있다.

이어서, 상기 정공 주입층(30) 상부에 상기 정공 수송층(HTL)(40)을 진공 증착 또는 스핀 코팅과 같은 통상적인 방법으로 통해 형성한다. 상기 정공 수송층용 물질로는 특별히 제한되지 않지만, N,N'-비스(3-메틸페닐)-N,N'-디페닐-[1,1'-비페닐]-4,4'-디아민(TPD), N,N'-디(나프탈렌-1-일)-N,N'-디페닐벤지딘, N,N'-디(나프탈렌-1-일)-N,N'-디페닐-벤지딘 : α -NPD)등이 사용될 수 있다.

이어서 정공 수송층(40) 상부에 발광층(EML)(50)을 형성한다. 상기 발광층 형성 재료로는 본 발명에 따른 호스트용 화합물과 도판트용 화합물이 연결된 유기 금속 화합물을 단독으로 이용하거나, 또는 본 발명에 따른 유기 금속 화합물을 도판트로서 통상적인 호스트 물질, 예를 들면 CBP(4,4'-비스(카바졸-9-일)-비페닐) 등과 병용하는 것도 가능하다. 또한 본 발명에 따른 유기 금속 화합물에서 상기 호스트의 에너지 갭은 도판트의 에너지 갭보다 크거나 같아야 하며, 에너지 갭의 차이가 최대 400nm이어야 하며, 이와 같은 유기 금속 화합물의 일예는 상술한 화학식 1로 표시되어지는 화합물이다.

상기 유기 금속 화합물은 진공 증착 방법으로 형성될 수 있으며, 또한 호스트용 화합물과 도판트용 화합물이 연결된 구조이기 때문에 저분자량의 도판트일지라도 분자량 증가에 따라 용해성이 증가되기 때문에 스핀 코팅과 같은 습식공정을 통해서 증착될 수 있으며, 레이저 열전사법(LIT)이 이용될 수도 있다.

본 발명에 따른 호스트용 화합물과 도판트용 화합물이 연결된 유기 금속 화합물을 사용하는 경우, 그 도핑 농도는 도판트용 화합물에 연결되는 호스트용 분자의 수에 따라 조절될 수 있다. 즉, 화학식 6과 같이 도판트용 화합물에 연결된 호스트용 분자의 수가 2개 일 경우 도핑 농도는 33%가 되며, 화학식 10과 같이 호스트용 분자가 4개 일 경우 20%, 화학식 12와 같이 호스트용 분자가 8개가 될 경우 도핑 농도는 11%로 호스트용 분자의 수가 증가함에 따라 도핑 농도를 낮출 수 있다.

선택적으로 상기 발광층(50)의 상부에는 발광 물질에서 형성되는 엑시톤이 전자수송층으로 이동되는 것을 막아주거나 정공이 전자 수송층(60)으로 이동되는 것을 막아주는 정공 억제층(HBL)이 형성될 수 있으며, 정공 억제층용 물질로는 특별히 제한되지 않지만, 페난트롤린계 화합물(예를 들면, BCP) 등을 사용할 수 있다. 이것은 진공 증착 방법 또는 스핀 코팅 방법을 통해 형성될 수 있다.

또한 발광층(50)위에 전자 수송층(ETL)(60)이 형성될 수 있으며, 이는 진공 증착 방법 또는 스핀 코팅 방법이 이용될 수 있다. 전자 수송층용 재료로서는 특별히 제한되지 않지만 알루미늄 착물(예를 들면, Alq3(트리스(8-퀴놀리놀라토)-알루미늄))을 사용할 수 있다.

상기 전자 수송층(60) 상부에 전자 주입층(EIL)(70)이 진공증착 또는 스핀코팅과 같은 방법을 이용하여 형성될 수 있으며, 전자 주입층(70)용 재료로는 특별히 제한되지 않지만 LiF, NaCl, CsF등의 물질을 이용할 수 있다.

이어서, 전자 주입층(70) 상부에 캐소드 전극(80)이 진공 증착을 통하여 형성됨으로써 발광 소자가 완성된다. 여기에서 캐소드용 금속으로는 리튬(Li), 마그네슘(Mg), 알루미늄(Al), 알루미늄-리튬(Al-Li), 칼슘(Ca), 마그네슘-인듐(Mg-In), 마그네슘-은(Mg-Ag)등이 이용된다.

또한, 본 발명에 따른 유기 전계 발광 소자는 도 7에 나타난 바와 같은 적층 구조를 가지며, 필요에 따라서 한층 또는 2층의 중간층, 예를 들면 정공 억제층 등을 더 형성하는 것도 가능하다. 또한 발광 소자의 각 층의 두께는 이 분야에서 일반적으로 사용되는 범위에서 필요에 따라 결정될 수 있다.

이하, 본 발명을 실시예를 들어 더욱 상세히 설명하지만, 본 발명이 하기 실시예로 한정되는 것은 아니다.

사용되는 시약

아크로스(Across)사 제품 : 2-브로모-4-메틸피트리딘(2-brom-4-methylptridine) ; 포타시움 포스페이트 트리베이직 모노하이드레이트(potassium phosphate tribasic monohydrate); 1,4-디옥산; 요오드화 구리(cupper iodide) (+, -)-트랜스(trance)-1,2-디아미노-시클로헥산; 및 3,5-디히드록시벤질 알코올

알드리치(Aldrich)사 제품 : 테트라키스-(트리페닐포스핀)팔라듐; 2,4-디플로오로페닐보론산; NBS; AIBN; 1,3-디브로모-5-메틸벤젠, 18-크라운-6; 아세톤; 삼브롬화인(phosphorus tribromide); 및 세슘 카보네이트

덕산 화학 제품 : 염화 메틸렌; 황산 마그네슘; 사염화 탄소; 헥산; 및 디에틸에테르

기타 : 포타지움 카보네이트(대정의 제품), 디메톡시에탄(TCI사의 제품)을 히드로퀴논(MAY & BAKER 사의 제품), 카바졸과 아세토니트릴(Fisher사의 제품)

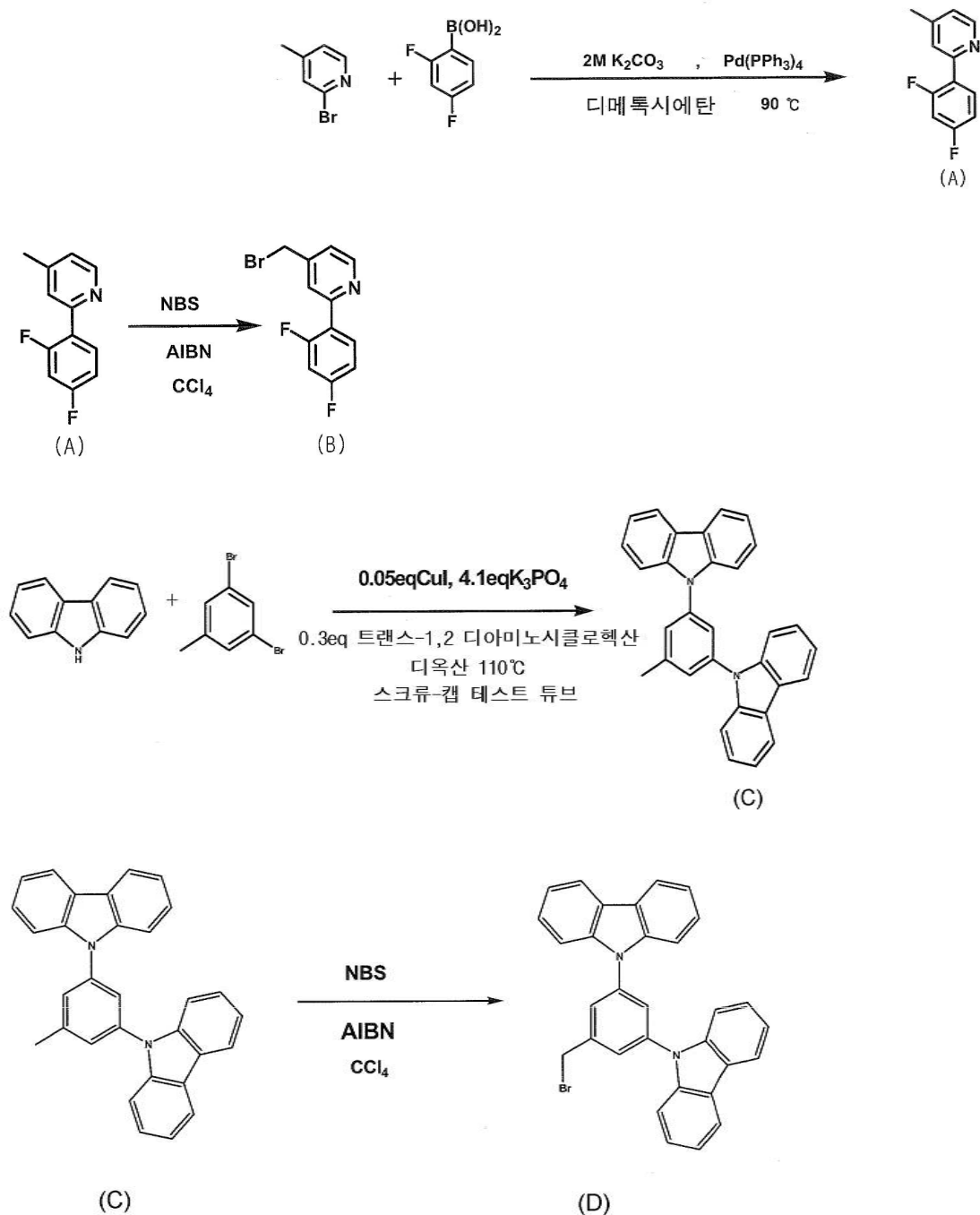
화합물 확인 방법

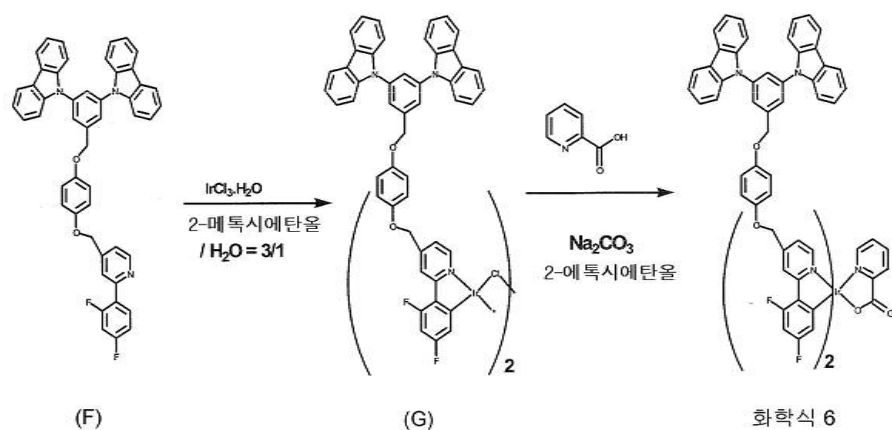
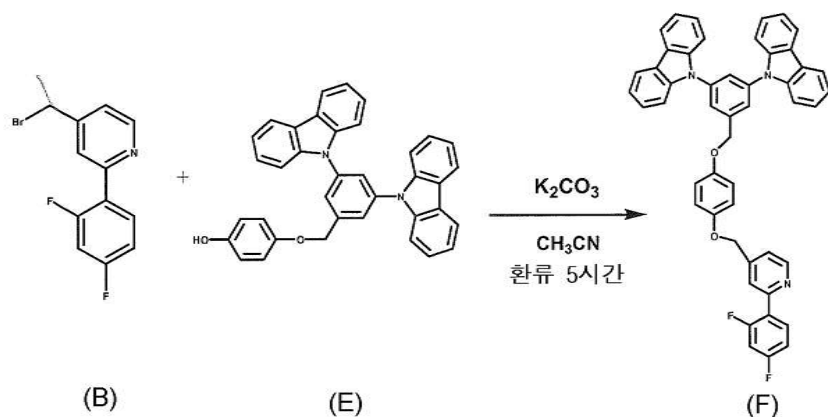
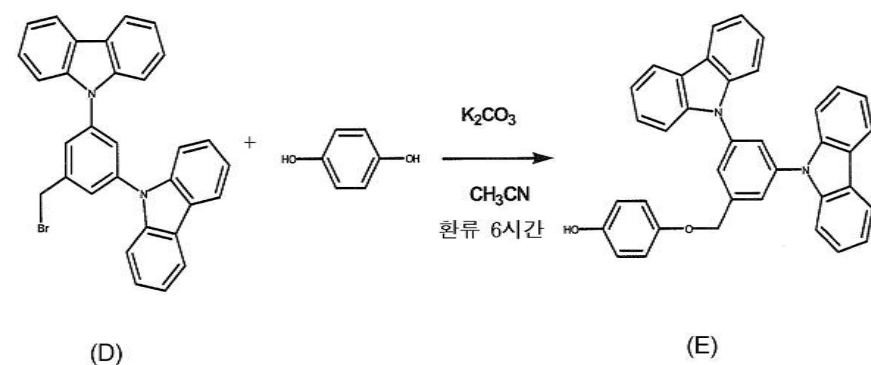
모든 새로운 화합물은 ^1H -NMR과 ^{13}C -NMR 그리고 UV 와 스펙트로플루오로미터로 구조를 확인하였다. ^1H -NMR과 ^{13}C -NMR은 브루커(Bruker) AM-300 분광기를 사용하여 기록하였고 UV는 베크만(BECKMAN) DU-650, 스펙트로플루오로미터로는 JASCO FP-7500을 사용하였다. 모든 화학적 이동도는 용매를 기준으로 ppm단위로 기록되었다.

실시예 1

본 발명에 따른 화학식 1에서, X가 X1이고, M이 Ir이고, R₁ 내지 R₈은 수소이고, a=1이고, m-n=2이고, L이 피콜리네이트인 화학식 6의 화합물을 합성하였고, 이것의 합성 반응식은 다음과 같다.

반응식 1





(A)의 합성

둥근 바닥 플라스크에 2-브로모-4-메틸피트리딘(1mmol), 2,4-디플루오로페닐보론산(1.2mmol), 포타시움 카보네이트 (2.7mmol), 디메톡시에탄(1.5mL)을 넣고 질소를 주입하여 30분간 교반한 뒤, 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐 (0.05mmol)을 넣고 환류 컨테이너를 연결하여 90℃에서 18시간 동안 환류시켰다. TLC로 반응을 확인한 후 용매를 고진공 감압증류로 용매를 제거한 다음 에틸 아세테이트로 추출한 후 후레쉬 컬럼(fresh column)하여 화합물(A)을 얻었다. 수율은 93%이었다.

$^1\text{H-NMR}$ (300MHz, CDCl_3): δ (ppm) 8.59 (d, $J = 3.0$ Hz, 1H), 7.99 (dd, $J = 6, 1.5$ Hz, 1H), 7.60 (s, 1H), 7.13 (d, $J = 3$ Hz, 1H), 7.03 (d, $J = 3.9$ Hz, 1H), 6.97–6.90 (m, 2H), 2.45 (s, 3H)

(B)의 합성

화합물 (A)(1mmol), NBS(1.3mmol), AIBN을 CCl_4 용매에 넣고 24시간 정도 80℃에서 가열하면서 교반하였다. TLC로 반응을 확인한 뒤 여과하였다. 여과액을 물과 NaCl로 씻어준 다음 고진공 하에서 용매를 제거한 다음 헥산과 디에틸 에테르로 재결정하여 갈색의 화합물 (B)를 30% 수율로 얻었다.

$^1\text{H-NMR}$ (300MHz, CDCl_3): δ (ppm) 8.70 (d, J = 2.5 Hz, 1H), 8.03(q, J = 6, 1.8 Hz, 1H), 7.78 (s, 1H), 7.30 (d, J = 2.3 Hz, 1H), 7.03-6.92 (m, 2H), 4.47 (s, 2H)

(C)의 합성

밀폐된 튜브에 요오드화 구리(0.01mmol)와 포타시움 포스페이트 트리베이직 모노하이드레이트(2.1mmol), 카바졸(1.2mmol), 1,4-디옥산(10mL)을 넣고, 질소를 주입하여 30분간 교반한 뒤, 1,3-디브로모-5-메틸벤젠, (+, -)-트랜스-1,2-디아미노-사이클로헥산(0.1mmol)을 넣은 뒤 마개를 닫아 110℃에서 약 24시간 가열하며 교반하였다.

TLC로 반응을 확인한 후 글래스 필터로 걸러진 용매를 고진공 감압증류로 용매를 제거한 후 메틸렌 클로라이드로 후레쉬 컬럼하여 고체 물질을 얻은 후 진공펌프 하에 3시간 정도 건조하여 화합물(C)을 얻었다. 수득률은 60% 이었다.

$^1\text{H-NMR}$ (300 MHz, $((\text{CD}_3)_2\text{CO})$): δ (ppm) 8.24 (d, J = 3.8 Hz, 4H), 7.71 (s, 1H), 7.70-7.64 (m, 6H), 7.48 (t, J = 7.7 Hz, 4H), 7.31 (t, J = 8.5 Hz, 4H) 2.68 (s, 3H)

(D)의 합성

화합물(C)(0.1mmol), NBS(0.1mmol), AIBN을 CCl_4 용매에 넣고 12시간 정도 80℃에서 가열하면서 교반하였다. TLC로 반응을 확인한 뒤 여과하고, 여과액을 물과 NaCl로 씻어준 다음 고진공 하에서 용매를 제거한 다음 헥산과 디에틸 에테르로 재결정하여 갈색의 고체 화합물 (D)을 40% 수율로 얻었다.

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 300MHz): δ (ppm) 8.18 (d, J = 3.8 Hz, 4H), 7.80 (s, 1H), 7.76 (s, 2H), 7.58(d, J = 4.2 Hz, 4H), 7.48 (t, J = 8.2 Hz, 4H), 7.35 (t, J = 7.7 Hz, 4H), 4.69 (s, 2H)

(E)의 합성

화합물 (D)(1mmol), 히드로퀴논(1mmol), K_2CO_3 (1 mmol), CH_3CN (20mL)를 둥근 바닥 플라스크에 넣고 6시간 동안 80℃에서 가열을 하며 환류시켰다. TLC로 반응을 확인한 뒤 여과하고, CH_2Cl_2 로 씻어 준 뒤, 여과액을 물과 NaCl로 씻어 준 다음 고진공 하에서 용매를 제거한 다음 후레쉬 컬럼하여 화합물 (E)을 얻었다. 수율은 72 %이었다.

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 300MHz): δ (ppm) 8.17 (d, J = 3.8 Hz, 4H), 7.78-7.77 (br s, 3H), 7.53(d, J = 4.1 Hz, 4H), 7.45 (t, J = 8.7 Hz, 4H), 7.33 (t, J = 7.8 Hz, 4H), 6.94 (d, J = 4.5 Hz, 2H), 6.84 (d, J = 4.5 Hz, 2H), 5.28 (s, 2H)

(F)의 합성

화합물 (E)(0.06 mmol), 화합물 (B)(0.065 mmol), K_2CO_3 (0.012 mmol), CH_3CN (20mL)를 둥근 바닥 플라스크에 넣고 10시간 동안 80℃에서 가열을 하며 환류시켰다. TLC로 반응을 확인한 뒤 여과하여 불순물을 제거하였다. CH_2Cl_2 로 씻어 준 뒤 여과액을 물과 NaCl로 씻어준 다음 고진공 하에서 용매를 제거한 다음 후레쉬 컬럼하여 고체 물질 (F)을 얻었다. 수율은 65%이었다.

(화학식 6)의 합성

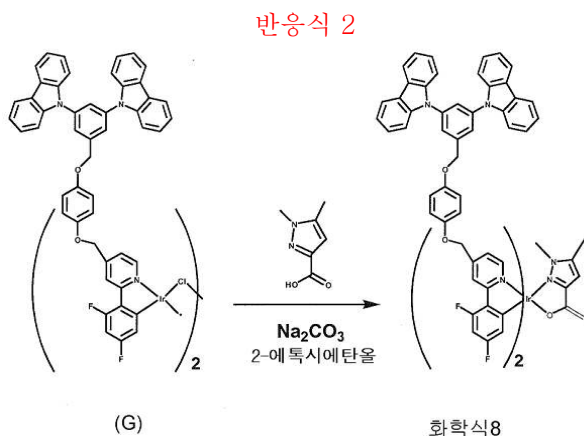
실온에서 2-메톡시에탄올(15ml)에 질소를 주입하며 30분간 교반한 뒤에 이리듐 클로라이드 히드로클로라이드 하이드레이트(0.04 mmol)와 화합물 (F)(0.08mmol)을 넣고 10시간 동안 질소 하에서 130℃에서 가열하며 교반하였다. TLC로 반응을 확인한 후 H₂O를 첨가하여 고체의 물질을 얻고, 이를 여과하여 진공펌프 하에 3시간 정도 건조하여 화합물 (G)를 얻는다. 수율은 50%이었다.

실온에서 2-메톡시에탄올(15ml)에 질소를 주입하며 30분간 교반한 뒤에 화합물(G)(0.05mmol)과 피콜린산(picolinic acid) (0.15mmol)를 넣고, 염기로 Na₂CO₃(0.5mmol)을 넣었다. 질소 하에서 5시간 동안 130℃에서 가열 하면서 교반한 뒤에 TLC로 반응을 확인하였다. 고진공 감압증류로 용매를 제거한 후 염화 메틸렌으로 추출하였다. 추출된 염화메틸렌층을 포화된 NaCl 수용액으로 씻어 주었다. 추출된 염화메틸렌 용액을 MgSO₄ 건조제로 물을 제거한 후 감압증류로 용매를 최소량으로 남긴 뒤 헥산을 첨가하여 고체의 물질을 얻고, 이를 여과한 뒤에 컬럼 크로마토그래피를 통해 다시 한 번 정제하여 진공펌프 하에 3시간 동안 건조하여 화학식 6의 화합물을 얻었다. 수율은 60%이었다.

¹H-NMR (300 MHz, ((CD₃)₂CO)): δ (ppm) 8.70 (d, J = 3 Hz, 1H), 8.41 (s, 1H), 8.22 (d, J = 3.9 Hz, 8H), 8.17 (s, 1H), 8.11 (t, J = 3.8 Hz, 1H), 7.89-7.86 (m, 6H), 7.72 (d, J = 3 Hz, 1H), 7.60-7.53 (m, 10H), 7.45 (t, J = 7.7 Hz, 8H), 7.30 (t, J = 7.5 Hz, 8H), 7.08 (s, 8H), 6.59-6.47 (m, 2H), 5.92 (d, J = 6 Hz, 1H), 5.56 (d, J = 6 Hz, 1H), 5.46 (s, 4H), 5.41 (s, 4H)

실시예 2

본 발명에 따른 화학식 1에서, X가 X1이고, M이 Ir이고, R₁ 내지 R₈은 수소이고, a=1이고, m-n=2이고, L이 1,5-디메틸-3-피라졸카르복실레이트인 화학식 8의 화합물을 합성하였고, 이것의 합성 반응식은 다음과 같다.



(화학식 8)의 합성

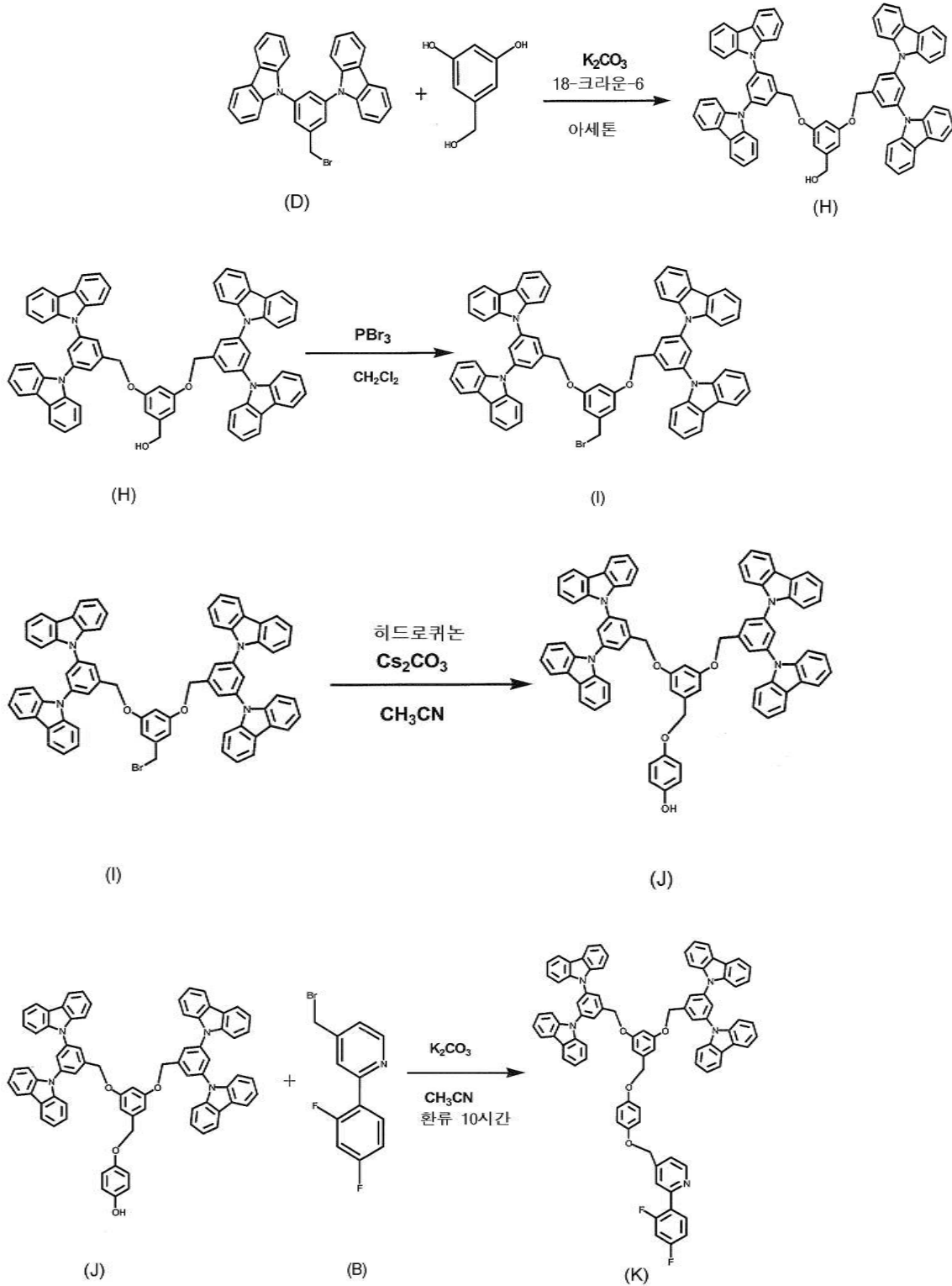
실온에서 2-메톡시에탄올(15ml)에 질소를 주입하며 30분간 교반한 뒤에 화합물(G)(0.05mmol)과 3,5-디메틸피라졸카르복실산(dm3pc 0.15mmol)를 넣고, 염기로 Na₂CO₃(0.5mmol)을 넣었다. 질소 하에서 5시간 동안 130℃에서 가열 하면서 교반한 뒤에 TLC로 반응을 확인하였다. 고진공 감압증류로 용매를 제거한 후 염화메틸렌으로 추출하였다. 추출된 염화메틸렌층을 포화된 NaCl 수용액으로 씻어주었다. 추출된 염화 메틸렌 용액을 MgSO₄ 건조제로 물을 제거한 후 감압증류로 용매를 최소량으로 남긴 뒤 헥산을 첨가하여 고체의 물질을 얻고, 이를 여과한 뒤에 컬럼 크로마토그래피를 통해 다시 한 번 정제하여 진공펌프 하에 3시간 동안 건조하여 화학식 8의 화합물을 얻었다. 수율은 60%이었다.

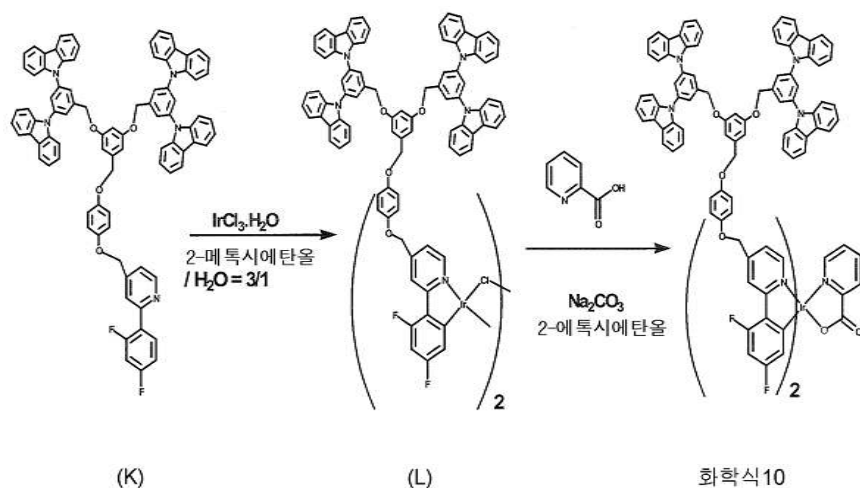
¹H-NMR (300 MHz, ((CD₃)₂CO)): δ(ppm) 8.75 (d, J = 3.0 Hz, 1H), 8.44 (d, J = 3.2 Hz, 1H), 8.39 (s, 1H), 8.27 (d, J = 4.1 Hz, 8H), 7.93-7.89 (br s, 8H), 7.62-7.57 (m, 10H), 7.47 (t, J = 6.8 Hz, 8H), 7.32 (t, J = 9.7Hz, 8H), 7.12 (d, J = 4.8 Hz, 8H), 6.60-6.48 (m, 2H), 6.44 (s, 1H), 5.92 (d, J = 6 Hz, 1H), 5.48 (br s, 4H), 5.45 (br s, 4H), 3.21 (s, 3H), 2.26 (s, 3H)

실시예 3

본 발명에 따른 화학식 1에서, X가 X2이고, M이 Ir이고, R₁ 내지 R₇ 및 R₉ 내지 R₁₀은 수소이고, a=2, b=1이고, m-n=2이고, L이 피콜리네이트인 화학식 10의 화합물을 합성하였고, 이것의 합성 반응식은 다음과 같다.

반응식 3





(H)의 합성

화합물 (D)(1mmol), 3,5-디히드록시벤질 알코올 (0.5mmol), K_2CO_3 (1.25mmol), 18-크라운-6(0.1mmol), 아세톤 (20mL)을 둥근 바닥 플라스크에 넣고 10시간 동안 50℃에서 가열을 하며 환류시켰다. TLC로 반응을 확인한 뒤 여과하고, CH_2Cl_2 로 씻어 준 뒤, 여과액을 물과 NaCl로 씻어준 다음 고진공 하에서 용매를 제거한 후, 후레쉬 컬럼을 하여 고체 물질 화합물 (H)을 얻었다. 수율은 76 %이었다.

1H -NMR($(CD_3)_2CO$), 300MHz: δ (ppm) 9.19 (d, $J=7.8$ Hz, 8H), 7.89(s, 4H), 7.88(s, 2H), 7.57(d, $J=8.4$, H=8), 7.40 (q, $J=6.9$, H=8), 7.26(t, $J=7.8$, H=8), 6.85(s, H=2), 6.82(s, H=1), 5.53(s, H=4), 4.66(d, $J=5.7$, H=2)

(I)의 합성

화합물 (H)(1mmol)을 둥근 바닥 플라스크에 넣고 CH_2Cl_2 (40mL)를 넣은 후 온도를 0℃로 낮춘 후 삼브롬화인 (1.2mmol)을 넣고 3시간 동안 교반을 하였다. TLC 확인 후 분별깔때기를 이용하여 물과 NaCl로 씻어주었다. 유기용매를 제거한 다음 후레쉬 컬럼을 하여 고체 물질 화합물 (I)을 얻었다. 수율은 90%이었다.

1H -NMR($CDCl_3$, 300MHz): δ (ppm) 8.14 (d, $J=3.9$ Hz, 8H), 7.77 (s, 3H), 7.52 (d, $J=4.1$ Hz, 4H), 7.43 (t, $J=8.1$ Hz, 4H), 7.32 (t, $J=3.5$ Hz, 4H), 6.76 (s, 2H), 6.69 (s, 1H), 5.32 (s, 4H), 4.46 (s, 2H)

(J)의 합성

둥근 바닥 플라스크에 화합물 (I)(1mmol), 히드로퀴논(2mmol), 세슘 카보네이트(2mmol), 아세토니트릴(50mL)을 넣고 10시간 동안 80℃에서 가열하면서 교반시켰다. TLC로 반응을 확인한 뒤 여과하였다. 여과액을 물과 NaCl로 씻어준 다음 고진공 하에서 용매를 제거한 다음 후레쉬 컬럼을 하여 고체 물질 화합물 (J)을 얻었다. 수율은 62%이었다.

1H -NMR($CDCl_3$, 300MHz): δ (ppm) 8.15 (d, $J=3.8$ Hz, 8H), 7.77 (s, 3H), 7.51 (d, $J=4.1$ Hz, 4H), 7.42 (t, $J=7.5$ Hz, 4H), 7.32 (t, $J=3.9$ Hz, 4H), 6.82 (d, $J=1.2$ Hz, 2H), 6.80 (br s, 2H), 6.67 (d, $J=2.4$ Hz, 2H), 6.65 (br s, 1H), 5.32 (s, 4H), 5.00 (s, 2H)

(K)의 합성

화합물 (J)(0.1 mmol), 화합물 (B)(0.3 mmol), K_2CO_3 (0.15 mmol), CH_3CN (20mL)를 둥근 바닥 플라스크에 넣고 10시간 동안 80℃에서 가열을 하며 환류시켰다. TLC로 반응을 확인한 뒤 여과 하여 불순물을 제거하였다. CH_2Cl_2 로 씻어 준 뒤 여과액을 물과 NaCl로 씻어준 다음 고진공 하에서 용매를 제거한 다음 후레쉬 컬럼을 하여 고체 물질 화합물 (K)를 얻었다. 수율은 77%이었다.

1H -NMR (300 MHz, $((CD_3)_2CO)$): δ (ppm) 8.64 (d, J = 2.4 Hz, 1H), 8.19 (d, J = 3.8 Hz, 8H), 8.15-8.10 (m, 1H), 7.88 (br s, 4H), 7.82 (br s, 2H), 7.79 (br s, 1H), 7.55 (d, J = 4.1 Hz, 8H), 7.40 (t, J = 8.3 Hz, 8H), 7.32 (d, J = 2.4 Hz, 1H), 7.26 (t, J = 7.9 Hz, 8H), 7.19-7.13 (m, 2H), 6.95-6.79 (m, 7H), 5.56(s, 4H), 5.08 (s, 2H), 5.00 (s, 2H)

(화학식 10)의 합성

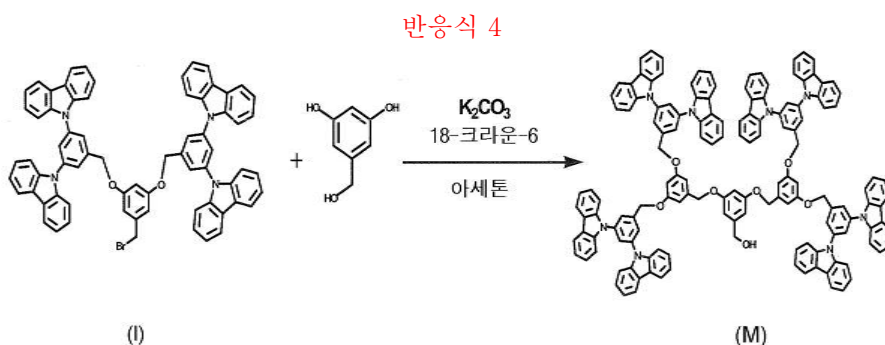
실온에서 2-메톡시에탄올(15ml)에 질소를 주입하며 30분간 교반한 뒤에 이리듐클로라이드 하이드로클로라이드 하이드레이트(0.04 mmol)와 화합물(K) (0.08mmol)을 넣고 10시간 동안 질소 하에서 130℃에서 가열하며 교반하였다. TLC로 반응을 확인한 후 H_2O 을 첨가하여 고체의 물질이 얻고, 이를 여과하여 진공펌프 하에 3시간 정도 건조하여 화합물 (L)을 얻었다. 수율은 50%이었다.

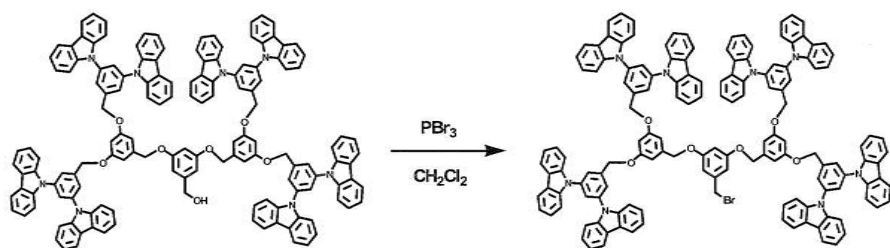
실온에서 2-메톡시에탄올(15ml)에 질소를 주입하며 30분간 교반한 뒤에 화합물(L)(0.05mmol)과 피콜린산(0.15mmol)를 넣고, 염기로 Na_2CO_3 (0.5mmol)을 넣었다. 질소 하에서 5시간 동안 130℃에서 가열 하면서 교반한 뒤에 TLC로 반응을 확인하였다. 고진공 감압증류로 용매를 제거한 후 염화메틸렌으로 추출하였다. 추출된 염화메틸렌층을 포화된 NaCl 수용액으로 씻어 주었다. 추출된 염화 메틸렌 용액을 $MgSO_4$ 건조제로 물을 제거한 후 감압증류로 용매를 최소량으로 남긴 뒤 헥산을 첨가하여 고체의 물질을 얻고, 이를 여과한 뒤에 컬럼 크로마토그래피를 통해 다시 한 번 정제하여 진공펌프 하에 3시간 동안 건조하여 화학식 10을 얻었다. 수율은 60%이었다.

1H -NMR (300 MHz, $(CDCl_3)$): δ (ppm) 8.70 (d, J = 2.9 Hz, 1H), 8.33 (d, J = 3.9 Hz, 1H), 8.15 (s, 2H), 8.14 (d, J = 3.82 Hz, 16H), 8.11 (t, J = 7.8 Hz, 1H), 7.91 (t, J = 3 Hz, 1H), 7.76-7.71 (br s, 12H), 7.51 (d, J = 3.9 Hz, 16H), 7.41 (t, J = 7.2 Hz, 16H), 7.31-7.26 (m, 17H), 7.18 (d, J = 3.0 Hz, 1H), 7.01 (d, J = 3.0 Hz, 1H), 6.88-6.85 (br d, 8H), 6.71 (br s, 2H), 6.48-6.39 (m, 2H), 5.84 (d, J = 6 Hz, 1H), 5.59 (d, J = 6 Hz, 1H) 5.33 (s, 8H), 5.03 (br s, 8H)

실시예 4

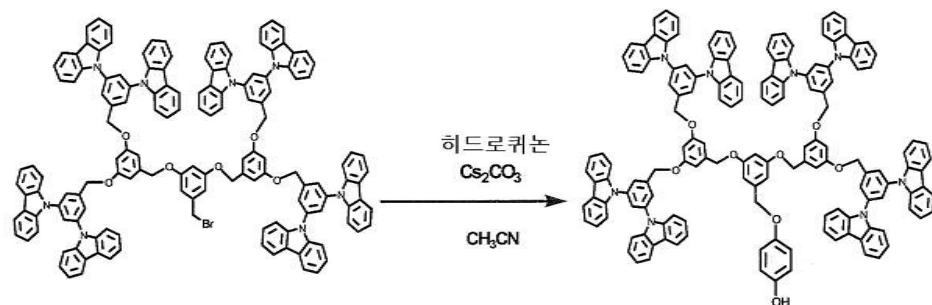
본 발명에 따른 화학식 1에서, X가 X3이고, M이 Ir이고, R_1 내지 R_7 및 R_{11} 내지 R_{13} 은 수소이고, a=2, b=2, c=1이고, m-n=2이고, X는 피콜리네이트인 화학식 12의 화합물을 합성하였고, 이것의 합성 반응식은 다음과 같다.





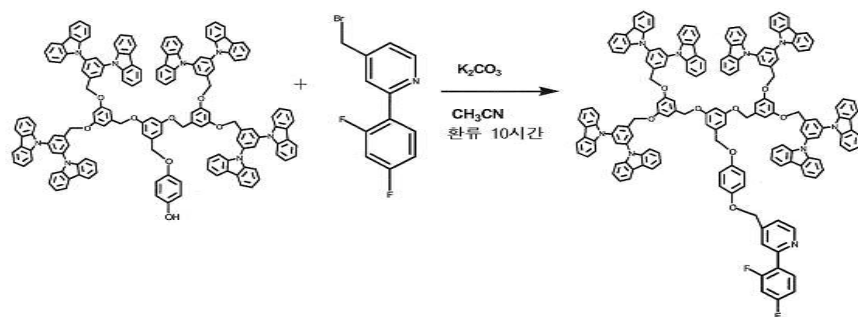
(M)

(N)



(N)

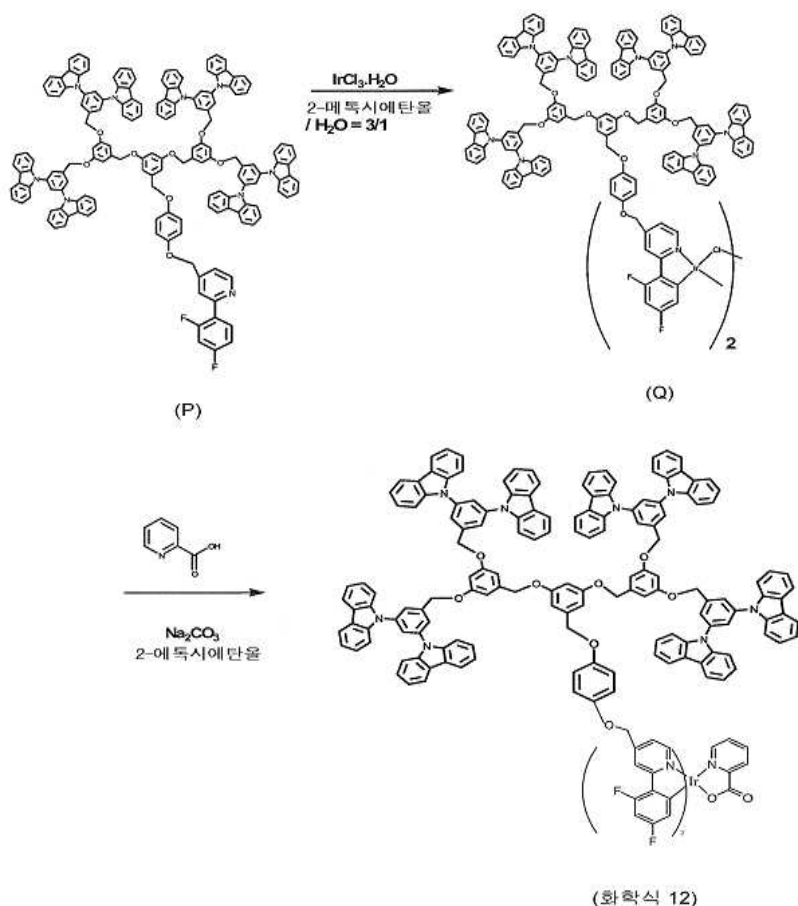
(O)



(O)

(B)

(P)



(M)의 합성

화합물(I) (0.5mmol), 3,5-디히드록시벤질 알코올(0.25mmol), K_2CO_3 (0.7 mmol), 18-크라운-6(0.05mmol), 아세톤 (15mL)을 둥근 바닥 플라스크에 넣고 10시간 동안 50°C 에서 가열을 하며 환류시켰다. TLC로 반응을 확인한 뒤 여과하였다. 여과액을 물과 NaCl로 씻어준 다음 고진공 하에서 용매를 제거한 다음 후레쉬 컬럼을 하여 고체 물질인 화합물 (M)을 얻었다. 수율은 95%이었다.

$^1\text{H-NMR}((\text{CD}_3)_2\text{CO})$, 300MHz: $\delta(\text{ppm})$ 8.13(d, $J=7.5$, $\text{H}=16$), 7.83(s, $\text{H}=8$), 7.82(s, $\text{H}=4$), 7.51(d, $J=8.1$, $\text{H}=16$), 7.34(q, $J=1.2$, $\text{H}=16$), 7.21(t, $J=7.5$, $\text{H}=16$), 6.85(s, $\text{H}=4$), 6.83(s, $\text{H}=2$), 6.61(s, $\text{H}=2$), 6.17(s, $\text{H}=1$), 5.63(s, $\text{H}=8$), 5.00(s, $\text{H}=4$), 4.47(d, $J=5.4$, $\text{H}=2$)

(N)의 합성

화합물 (M)(1mmol)을 둥근 바닥 플라스크에 넣고 CH_2Cl_2 (40mL)를 넣은 후 온도를 0°C 로 낮춘 후 삼브롬화인 (1.2mmol)을 넣고 3시간 동안 교반을 하였다. TLC 확인 후 분별깔때기를 이용하여 물과 NaCl로 씻어주었다. 유기용매를 제거한 다음 후레쉬 컬럼을 하여 고체 물질 화합물 (N)을 얻었다. 수율은 80%이었다.

(O)의 합성

둥근 바닥 플라스크에 화합물 (N)(0.5mmol), 히드로퀴논(1.5mmol), 세슘 카보네이트(1mmol), 아세토니트릴(50mL)을 넣고 10시간 동안 80°C 에서 가열 하면서 교반시켰다. TLC로 반응을 확인한 뒤 여과하였다. 여과액을 물과 NaCl로 씻어준 다음 고진공 하에서 용매를 제거한 다음 후레쉬 컬럼을 하여 고체 물질 화합물 (O)을 얻었다. 수율은 65%이었다.

(P)의 합성

화합물 (O)(0.1 mmol), 화합물 (B)(0.3 mmol), K_2CO_3 (0.15 mmol), CH_3CN (20mL)를 둥근 바닥 플라스크에 넣고 10시간 동안 $80^\circ C$ 에서 가열을 하며 환류 시켰다. TLC로 반응을 확인한 뒤 여과 하여 불순물을 제거한다. CH_2Cl_2 로 씻어 준뒤 여과액을 물과 NaCl로 씻어준 다음 고진공 하에서 용매를 제거한 다음 후레쉬 컬럼을 하여 고체 물질 화합물 (P)를 얻었다. 수율은 67%이었다.

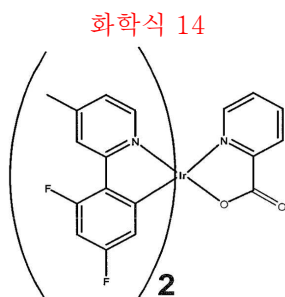
(화학식 12)의 합성

실온에서 2-메톡시에탄올(15ml)에 질소를 주입하며 30분간 교반한 뒤에 이리듐클로라이드 하이드로클로라이드 하이드레이트 (0.04 mmol)과 화합물 (P)(0.08mmol)을 넣고 10시간 동안 질소 하에서 가열하며 교반한다. TLC로 반응을 확인한 후 H_2O 을 첨가하면 고체의 물질을 얻고, 이를 여과하여 진공펌프 하에 3시간 정도 건조하여 화합물 (Q)를 얻었다. 수득률은 50%이다.

실온에서 2-에톡시에탄올 (15ml)에 질소를 주입하며 30분간 교반한 뒤에 화합물 (Q)(0.05mmol)와 피콜린산 (0.15mmol)를 넣고, 염기로 Na_2CO_3 (0.5mmol)을 넣는다. 질소 하에서 5시간 동안 가열 하면서 교반한 뒤에 TLC로 반응을 확인하였다. 고진공 감압증류로 용매를 제거한 후 염화메틸렌 클로라이드로 추출한다. 추출된 메틸렌클로라이드층을 포화된 NaCl 수용액으로 씻어 준다. 추출된 메틸렌클로라이드 용액을 $MgSO_4$ 건조제로 물을 제거한 후 감압증류로 용매를 최소량으로 남긴 뒤 헥산을 첨가하면 고체의 물질이 얻어지며, 이를 여과한 뒤에 컬럼 크로마토그래피를 통해 다시 한 번 정제하여 진공펌프 하에 3시간 동안 건조하여 화학식 12를 얻었다. 수율은 65%이다.

비교예 1

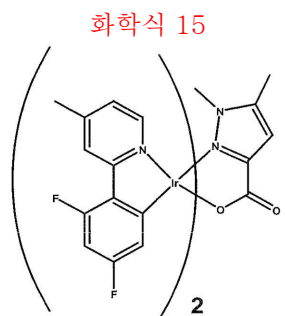
(화학식 14)의 합성



도판트로 주로 사용되는 화학식 14을 별도로 준비하였다. 이것은 일반적인 방법을 통해 합성될 수 있거나, 대한민국 특허출원 제2003-87257호에 개시된 방법을 통해 합성될 수 있다.

비교예 2

(화학식 15)의 합성



도판트로 주로 사용되는 화학식 15를 별도로 준비하였다. 이것은 일반적인 방법을 통해 합성될 수 있거나 대한민국 특허출원 제2003-79592호에 기재된 방법을 통해 합성될 수 있다.

시험예

실시에 1 내지 3에서 합성한 화학식 6, 8, 10의 화합물의 광발광(PL) 특성을 조사하였고, 또한 광발광 특성의 비교를 위해 비교예 1 내지 2의 화학식 14 및 15의 광발광 특성을 조사하여 이 결과를 도 1 내지 도 6에 나타내었다.

도 1은 실시예 1에서 합성한 화합물(화학식 6)의 클로로포름 용액에서의 광발광(PL) 스펙트럼을 나타낸 것이고, 도 2는 실시예 2에서 합성한 화합물(화학식 8)의 클로로포름 용액에서의 광발광 스펙트럼을 나타낸 것이고, 도 3은 실시예 1과 비교예 1에서 합성한 각각의 화합물의 0.02mM의 클로로포름 용액중에서 광발광 스펙트럼을 비교한 것이고, 도 4는 실시예 2과 비교예 2에서 합성한 각각의 화합물의 0.02mM의 클로로포름 용액중에서 광발광 스펙트럼을 비교한 것이고, 도 5는 실시예 2에서 합성한 호스트용 화합물과 도판트용 화합물이 연결된 화합물(화학식 8)과 호스트용 화합물을 나타내는 (C) 화합물에 화학식 15로 나타낸 도판트용 화합물을 33%의 농도로 도핑하여 각각 0.02mM의 클로로포름 용액에서 광발광 스펙트럼을 비교한 것이고, 도 6은 실시예 1과 3 및 비교예 1의 화합물을 PMMA 고분자 필름에 PMMA를 90%, 실시예 1과 3 및 비교예 1의 화합물을 각각의 경우 10% 도핑하였을 경우의 광발광 스펙트럼을 비교한 것이다.

도 3, 도 4 및 도 6에 나타난 바와 같이, 본 발명에 따른 도판트용 화합물에 호스트용 화합물이 연결된 유기 금속 화합물이, 도판트용 화합물만의 광발광 특성보다 월등히 우수함을 알 수 있고, 또한 도 5에 나타난 바와 같이, 본 발명에 따른 유기 금속 화합물이 호스트용 화합물과 도판트용 화합물을 별도로 혼합한 것보다 광발광 특성이 우수함을 알 수 있었다.

실시예 5

애노드는 코닝사의 10Ω/cm² ITO 기판을 사용하였고, 상기 기판 상부에 IDE406을 진공 증착하여 정공 주입층을 600 Å 두께로 형성하였다. 이어서, 상기 정공 주입층 상부에 상기 TPD 화합물을 300 Å의 두께로 진공 증착하여 정공 수송층을 형성하였다. 정공 수송층을 형성한 후, 이 정공 수송층 상부에 화학식 6의 화합물을 호스트 물질 CBP에 12 % 도핑하여 200Å의 두께로 발광층을 형성하였다. 그 후 상기 발광층 상부에 BCP를 진공 증착하여 50Å 두께의 정공 억제층을 형성하였다. 그 후 그 위에 Alq3를 진공 증착하여 200Å 두께의 전자 수송층을 형성하였다. 이 전자 수송층 상부에 LiF 10 Å과 Al 3000 Å을 순차적으로 진공 증착하여 LiF/Al 전극을 형성함으로써 유기 전계 발광 소자를 제조하였다.

상기 실시예 5에 따라 제조된 유기 전계 발광 소자에 있어서, 효율, 구동전압, 색순도 및 수명 특성을 조사하였다. 그 결과, 실시예 5의 유기 전계 발광 소자의 효율, 구동전압, 색순도 및 수명 특성이 우수하다는 것을 확인할 수 있었다.

발명의 효과

본 발명은 다음과 같은 효과를 갖는다.

첫번째, 본 발명에 따른 유기 금속 화합물은 저분자 수준의 발광 특성을 갖기 때문에 발광 소자의 발색 재료로 유용하게 사용될 수 있다.

두번째, 본 발명에 따른 유기 금속 화합물은 호스트용 화합물과 도판트용 화합물을 연결한 구조이기 때문에, 각각이 저분자량 일지라도 연결을 통해 분자량을 증대시킬 수 있기 때문에 용해성을 향상시킬 수 있다. 이에 따라, 스핀 코팅과 같은 습식 공정을 통해 소자에 적용될 수 있다.

세번째, 본 발명에 따른 유기 금속 화합물을 이용하여 발광 소자를 구성할 경우, 효율, 구동전압, 색순도 및 수명 특성이 개선될 수 있다. 즉, 호스트용 화합물과 도판트용 화합물을 연결하지 않고 각각 사용한 경우에 비해 연결시킨 구조를 사용할 경우 발광 효율이 증대된다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

에너지 갭이 같거나 차이가 존재하는 호스트용 화합물과 도판트용 화합물을 연결기에 의해 연결시킨 유기 금속 화합물.

청구항 2.

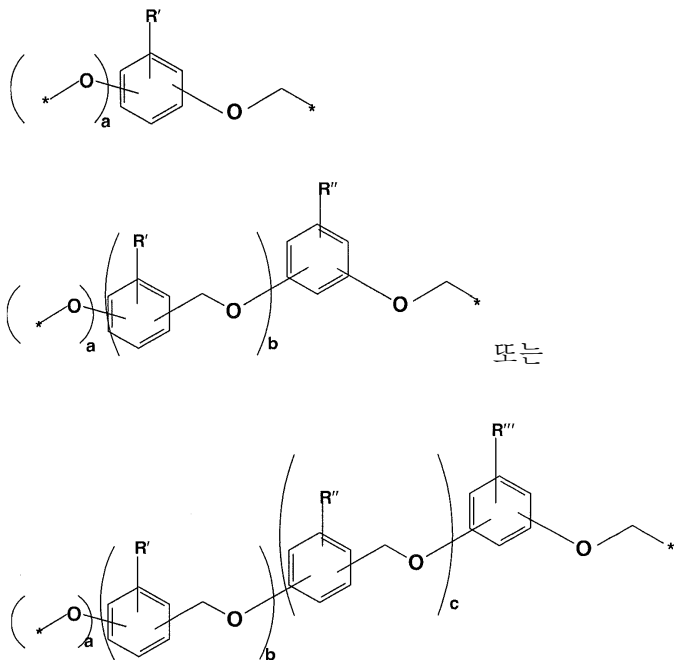
제 1항에 있어서, 호스트용 화합물의 에너지 갭과 도판트용 화합물의 에너지 갭의 차이가 0 내지 400nm인 것을 특징으로 하는 유기 금속 화합물.

청구항 3.

제 1항에 있어서, 상기 연결기는 호스트용 화합물과 도판트용 화합물을 연결할 경우 π -컨쥬게이션으로 연결되지 않도록 끊을 수 있는 산소 원자를 포함하는 것인 유기 금속 화합물.

청구항 4.

제 3항에 있어서, 상기 연결기는 다음과 같은 구조를 갖는 것인 유기 금속 화합물:

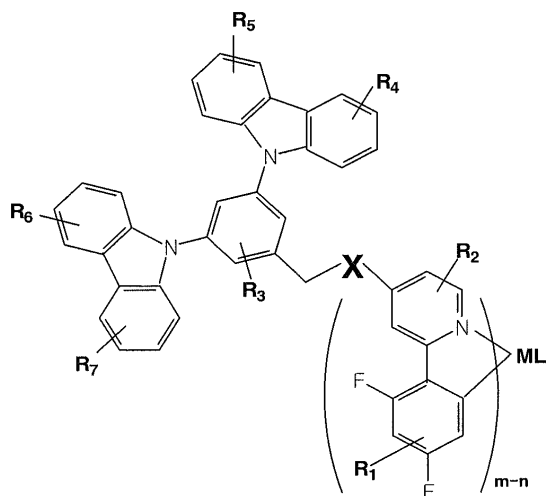


상기 식에서, R' 내지 R'''는 각각 독립적으로 일치환(mono-substituted) 또는 다치환(multi-substituted) 작용기로서, 수소, 시아노기, 히드록시기, 티올기, 할로젠 원자, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알킬기, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알콕시기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 알케닐기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴알킬기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴옥시기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴알킬기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴옥시기, 치환 또는 비치환된 C5-C30의 사이클로알킬기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로사이클로알킬기, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알킬카르보닐기, 치환 또는 비치환된 C7-C30의 아릴카르보닐기, C1-C30의 알킬티오기 또는 $-\text{Si}(\text{Z}')(\text{Z}'')(\text{Z}''')$ (상기 식중, Z'과 Z''는 서로에 관계없이 수소 또는 C1-C30의 알킬기), $-\text{N}(\text{Z}')(\text{Z}'')$ (상기 식중, Z'과 Z''는 서로에 관계없이 수소 또는 C1-C30의 알킬기)기이고, 또한 상기 R' 내지 R'''의 작용기중 서로 인접한 기는 서로 결합하여 고리를 형성할 수 있다.

청구항 5.

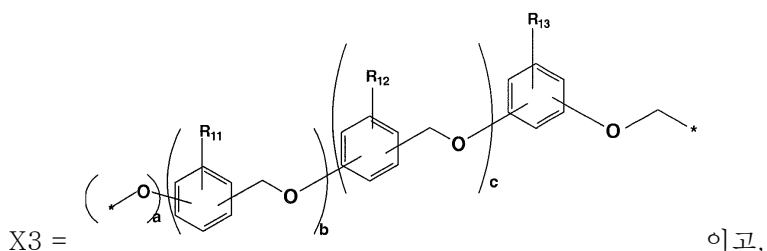
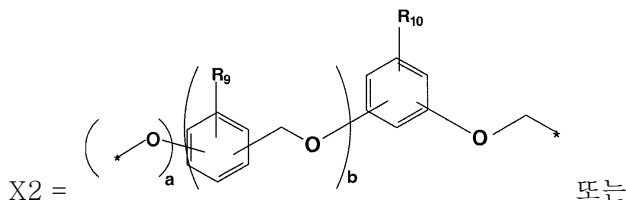
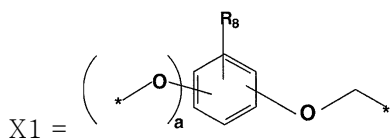
에너지 갭이 같거나 차이가 존재하는 호스트용 화합물과 도판트용 화합물을 연결기에 의해 연결시킨 하기 화학식 1로 표시되는 유기 금속 화합물:

화학식 1



상기 식에서,

X는 다음과 같은 구조를 갖고,



R₁ 내지 R₁₃는 각각 독립적으로 일치환(mono-substituted) 또는 다치환(multi-substituted) 작용기로서, 수소, 시아노기, 히드록시기, 티올기, 할로젠 원자, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알킬기, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알콕시기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 알케닐기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴알킬기, 치환 또는 비치환된 C6-C30의 아릴옥시기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴알킬기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로아릴옥시기, 치환 또는 비치환된 C5-C30의 사이클로알킬기, 치환 또는 비치환된 C2-C30의 헤테로사이클로알킬기, 치환 또는 비치환된 C1-C30의 알킬카르보닐기, 치환 또는 비치환된

C7-C30의 아릴카르보닐기, C1-C30의 알킬티오기 또는 $-\text{Si}(\text{Z}')(\text{Z}'')(\text{Z}''')$ (상기 식중, Z' 과 Z'' 는 서로에 관계없이 수소 또는 C1-C30의 알킬기), $-\text{N}(\text{Z}')(\text{Z}'')$ (상기 식중, Z' 과 Z'' 는 서로에 관계없이 수소 또는 C1-C30의 알킬기)기이고, 또한 상기 R_1 내지 R_{13} 의 작용기중 서로 인접한 기는 서로 결합하여 고리를 형성할 수 있고,

a, b, c는 각각 1 내지 3이고;

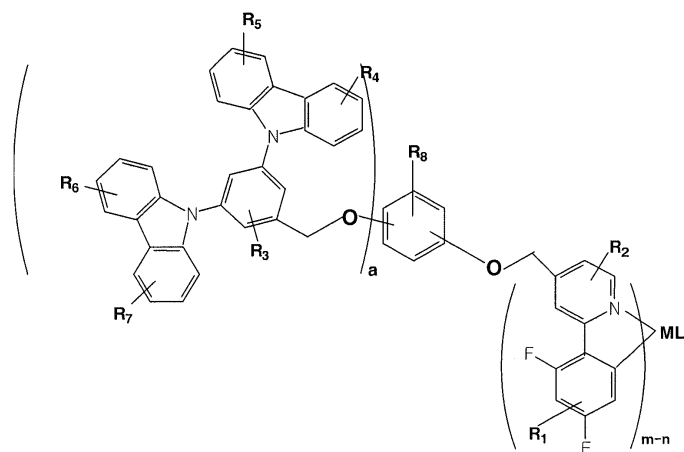
M은 Ir, Os, Pt, Pb, Re 또는 Ru이고; 및

L는 두자리 리간드이고, m은 3이고 n은 1 또는 2이다.

청구항 6.

제 5항에 있어서, 상기 화학식 1에서 X가 X1인 하기 화학식 2로 표시되는 유기 금속 화합물:

화학식 2

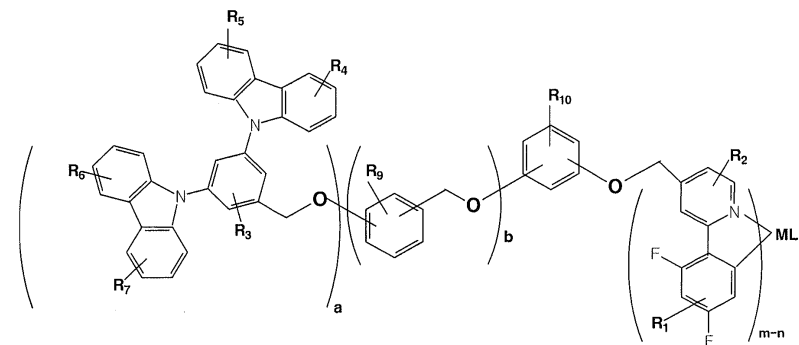


상기 식중, R_1 내지 R_8 은 상기 화학식 1에서 정의된 바와 같고, a, M, L, m 및 n 모두 상기 화학식 1에서 정의된 바와 같다.

청구항 7.

제 5항에 있어서, 상기 화학식 1에서 X가 X2인 하기 화학식 3으로 표시되는 유기 금속 화합물:

화학식 3

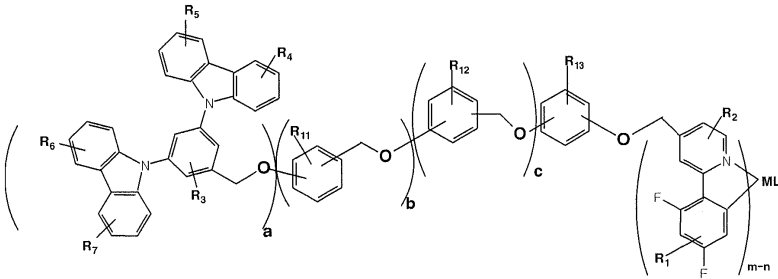


상기 식중, R_1 내지 R_7 , R_9 및 R_{10} 는 상기 화학식 1에서 정의된 바와 같고, a, b, M, L, m 및 n 모두 상기 화학식 1에서 정의된 바와 같다

청구항 8.

제 5항에 있어서, 상기 화학식 1에서 X가 X3인 하기 화학식 4로 표시되는 유기 금속 화합물:

화학식 4

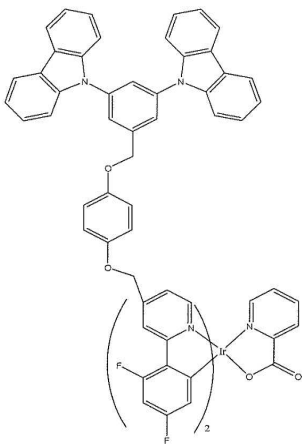


상기 식중, R₁ 내지 R₈, R₁₁ 내지 R₁₃은 상기 화학식 1에서 정의된 바와 같고, a, b, c, M, L, m 및 n 모두 상기 화학식 1에서 정의된 바와 같다.

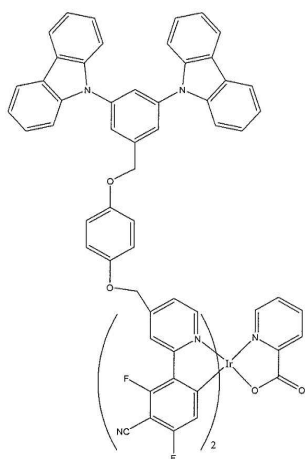
청구항 9.

제 5항에 있어서, X는 X1이고, R₁은 수소 또는 시아노기이고, R₂ 내지 R₉은 수소이고, a=1이고, m-n=2이고, L은 피콜리네이트 또는 1,5-디메틸-3-피라졸카르복실레이트인 하기 화학식 6 내지 9의 어느 하나로 표시되는 유기 금속 화합물:

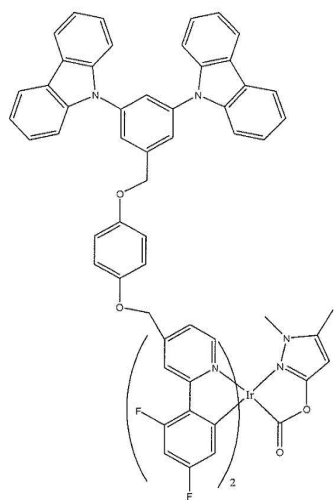
화학식 6



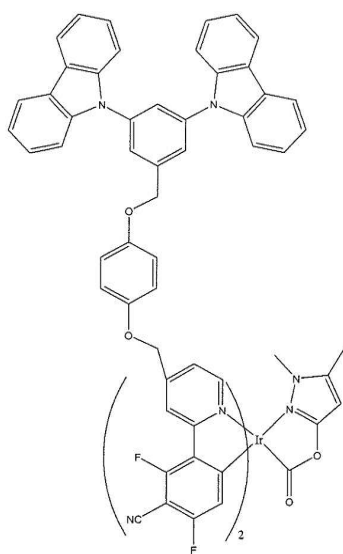
화학식 7



화학식 8



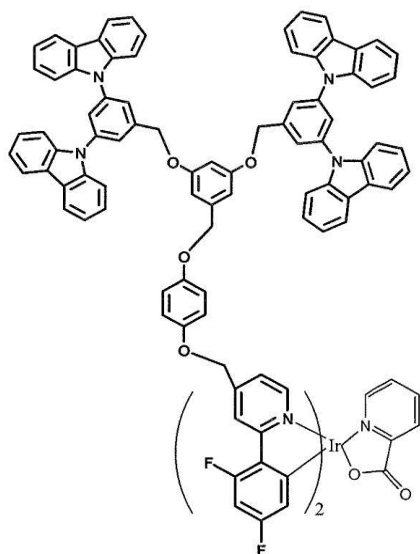
화학식 9



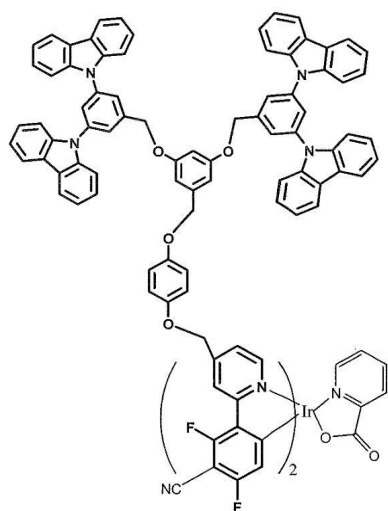
청구항 10.

제 5항에 있어서, X는 X2이고, R₁은 수소 또는 시아노기이고, R₂ 내지 R₇, R₉ 및 R₁₀은 수소이고, a=2, b=1, m-n=2이고, L은 피콜리네이트인 하기 화학식 10 내지 11중에서 어느 하나로 표시되는 유기 금속 화합물:

화학식 10



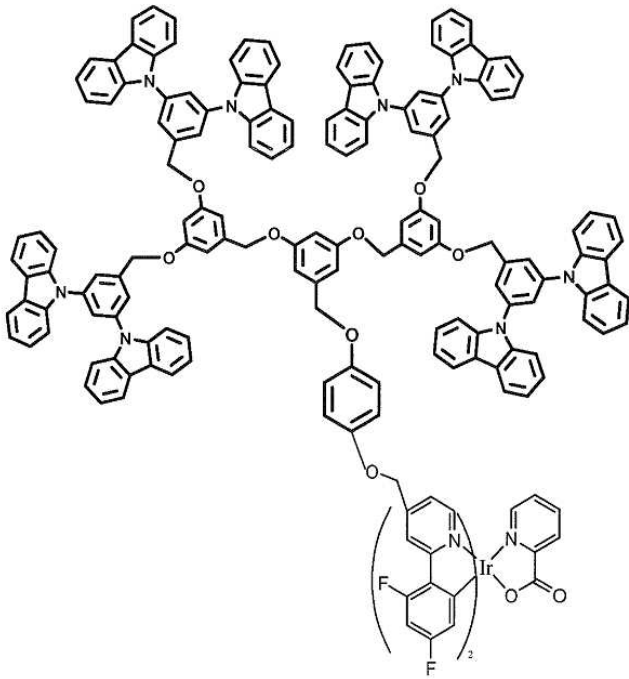
화학식 11



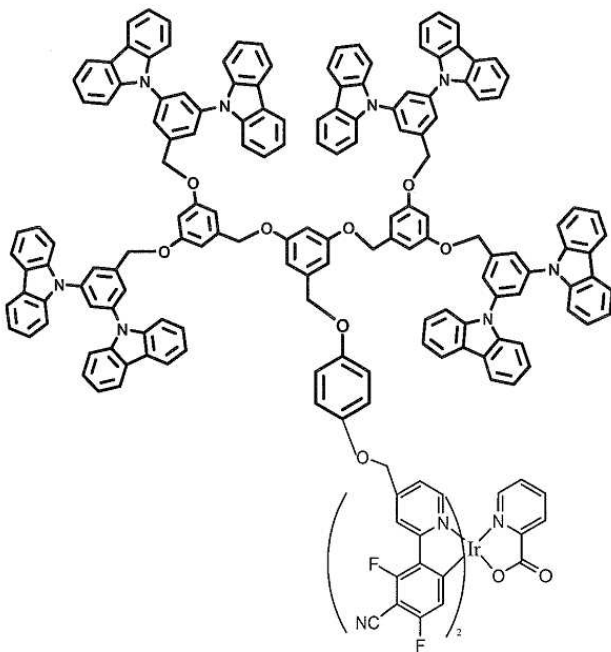
청구항 11.

제 5항에 있어서, X는 X3이고, R₁은 수소 또는 시아노기이고, R₂ 내지 R₇ 및 R₁₁ 내지 R₁₃은 수소이고, a=2, b=2, c=1, m-n=2이고, L은 피콜리네이트인 하기 화학식 12 내지 13의 어느 하나로 표시되는 유기 금속 화합물:

화학식 12



화학식 13



청구항 12.

한 쌍의 전극 사이에 유기막을 포함하는 유기 전계 발광 소자에 있어서, 상기 유기막이 제 1항 내지 제 11항중 어느 하나의 항에 따른 호스트용 화합물과 도판트용 화합물이 연결된 유기 금속 화합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자.

청구항 13.

제 12항에 있어서, 상기 유기막은 발광층인 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자.

청구항 14.

기관상에 제 1 전극을 형성하는 단계; 제 1 전극 상부에 유기막을 형성하는 단계; 및 유기막 상부에 제 2 전극을 형성하는 단계를 포함하고, 상기 유기막은 제 1항 내지 제 11항중 어느 하나의 항에 따른 호스트용 화합물과 도판트용 화합물이 연결된 유기 금속 화합물을 도핑하여 형성하는 것인 유기 전계 발광 소자의 제조방법.

청구항 15.

제 14항에 있어서, 제 1 전극은 애노드이고, 제 2 전극은 캐소드이고, 유기막은 발광체인 유기 전계 발광 소자의 제조방법.

청구항 16.

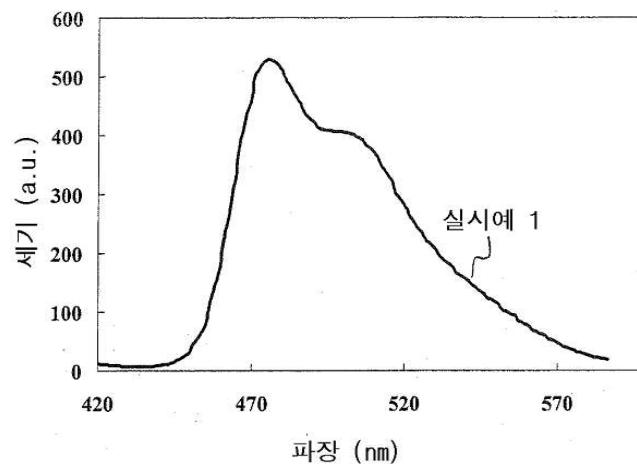
제 14항에 있어서, 상기 유기막은 스핀 코팅 방법을 이용하여 형성되는 것인 유기 전계 발광 소자의 제조방법.

청구항 17.

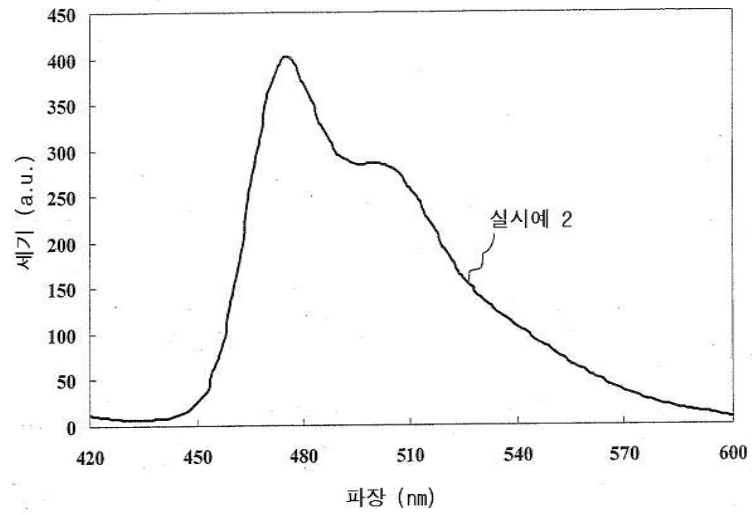
제 14항에 있어서, 상기 유기 금속 화합물의 도핑 농도는 도판트용 화합물에 연결된 호스트용 분자의 수에 따라 조절될 수 있는 것인 유기 전계 발광 소자의 제조방법.

도면

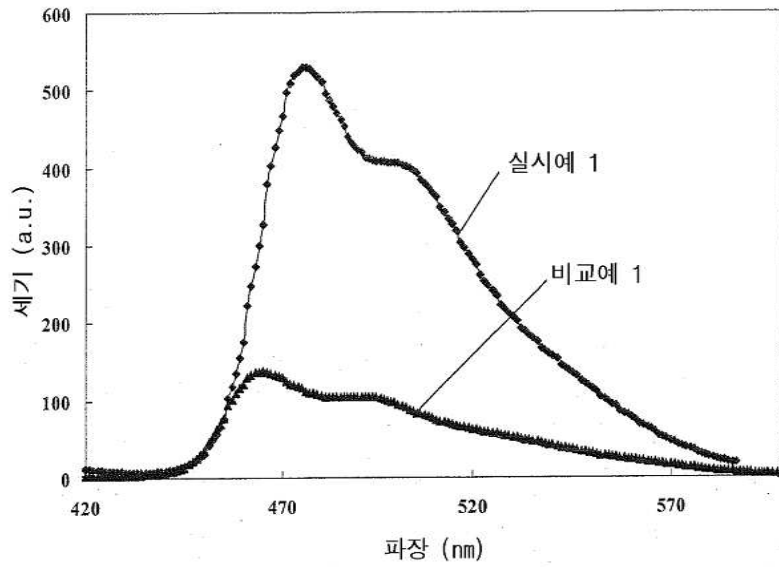
도면1



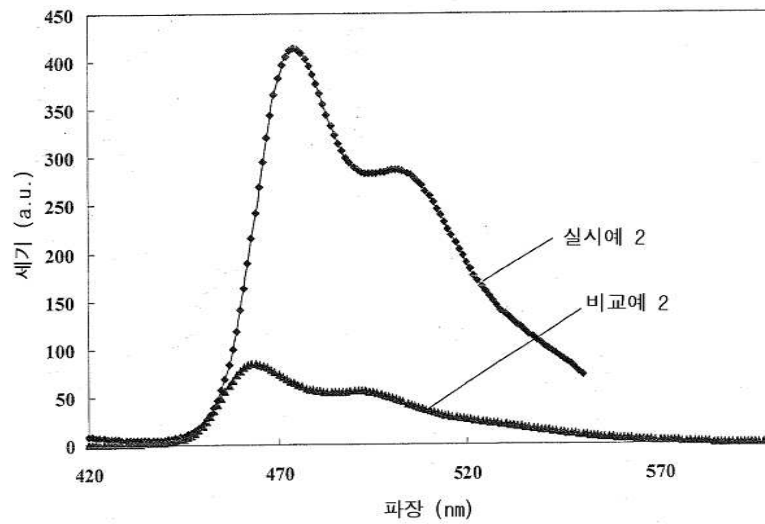
도면2



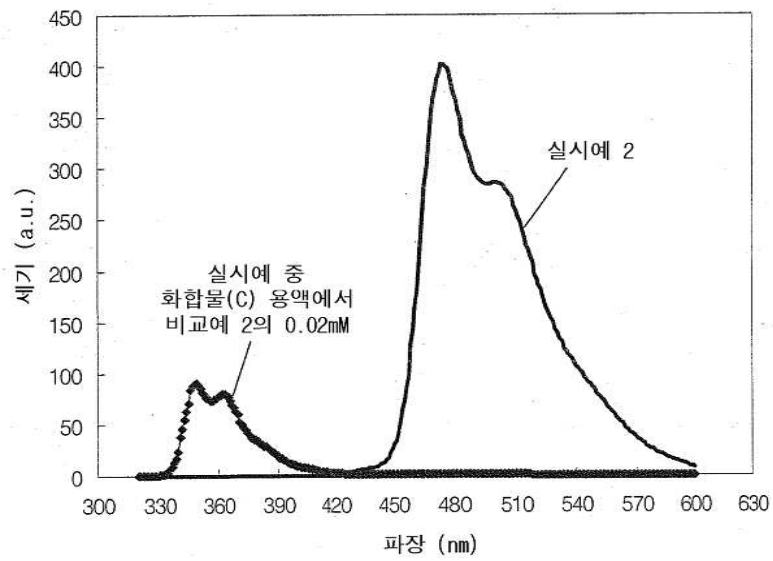
도면3



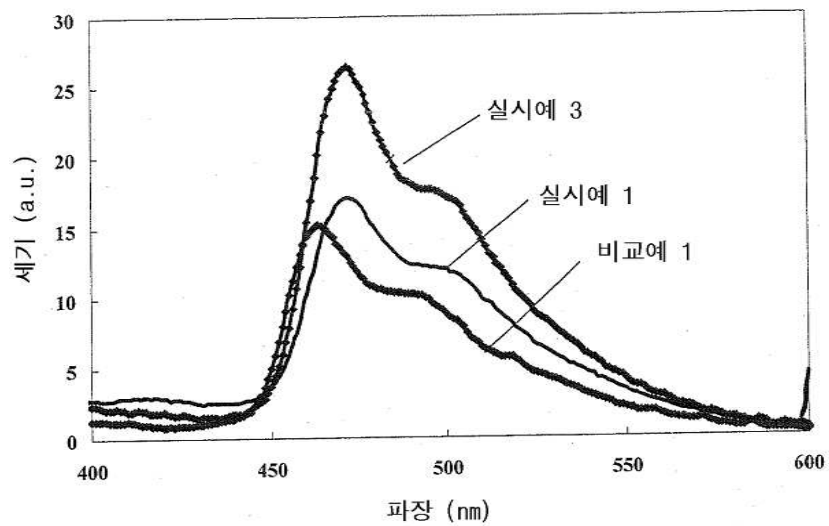
도면4



도면5



도면6



도면7

캐소드 전극	80
전자 주입층 (EIL)	70
전자 수송층 (ETL)	60
발광층 (EML)	50
정공 수송층 (HTL)	40
정공 주입층 (HIL)	30
애노드 전극	20
기판	10

专利名称(译)	用于主体的化合物和用于掺杂剂的化合物连接的有机金属化合物，以及使用该有机金属化合物的有机电致发光器件		
公开(公告)号	KR1020060110634A	公开(公告)日	2006-10-25
申请号	KR1020050033082	申请日	2005-04-21
[标]申请(专利权)人(译)	首尔大学校产学协力团		
申请(专利权)人(译)	三星SD眼有限公司 首尔国立大学产学合作基金会基金会		
当前申请(专利权)人(译)	三星SD眼有限公司 首尔国立大学产学合作基金会基金会		
[标]发明人	SOOJIN PARK 박수진 DONGHYUN JUNG 정동현 DAEYUP SHIN 신대엽 BYUNGDOO CHIN 진병두 TAEHYOK KWON 권태혁 MYOUNGKI KIM 김명기 JONGIN HONG 홍종인		
发明人	박수진 정동현 신대엽 진병두 권태혁 김명기 홍종인		
IPC分类号	C09K11/06		
CPC分类号	H01L51/0085 C07F15/0033 C09K2211/1011 H01L51/5036 C09K2211/1029 H05B33/14 H01L51/0067 C09K11/06 H01L51/0071 C09K2211/1014 C09K2211/1044 C09K2211/185 Y10S428/917		
代理人(译)	SHIN , YOUNG MOO		
其他公开文献	KR100732823B1		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明涉及用于主体的化合物和其中连接有掺杂剂的化合物的有机金属化合物，使用该化合物的有机电致发光器件及其制造方法。能隙是相同的，或者根据本发明的有机金属化合物连接用于主体的化合物的化合物和存在差异并且光发射率得到改善的掺杂剂。此外，根据化合物对主体和掺杂剂的化合物的连接，可以提高溶解度，增加分子量。可以改善将用于该主体的化合物和其中掺杂剂的化合物连接到有机电致发光器件的有机金属化合物的情况，发光效率，亮度，色纯度和寿命特性。发光材料和有机金属化合物。

