



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년05월27일
 (11) 등록번호 10-1624637
 (24) 등록일자 2016년05월20일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09K 11/06 (2006.01) *C07F 15/00* (2006.01)
H01L 51/54 (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2009-0089651
 (22) 출원일자 2009년09월22일
 심사청구일자 2014년05월29일
 (65) 공개번호 10-2010-0039802
 (43) 공개일자 2010년04월16일
 (30) 우선권주장
 1020080098876 2008년10월08일 대한민국(KR)
 (56) 선행기술조사문헌
 KR100809906 B1
 KR100779009 B1
 Chem. Rev, 2007, 107, 1097-1116
 Journal of Polymer Science Part A, 2008,
 46(22), 7517-7533

(73) 특허권자
 서울대학교산학협력단
 서울특별시 관악구 관악로 1 (신림동)
 삼성전자주식회사
 경기도 수원시 영통구 삼성로 129 (매탄동)
 (72) 발명자
 최동훈
 서울특별시 성북구 성북로4길 52, 112동 504호 (돈암동, 한신아파트)
 조민주
 서울특별시 성북구 인촌로 37, 301호 (안암동2가)
 정경문
 전남 영광군 백수읍 논산리 166
 (74) 대리인
 리엔목특허법인

전체 청구항 수 : 총 8 항

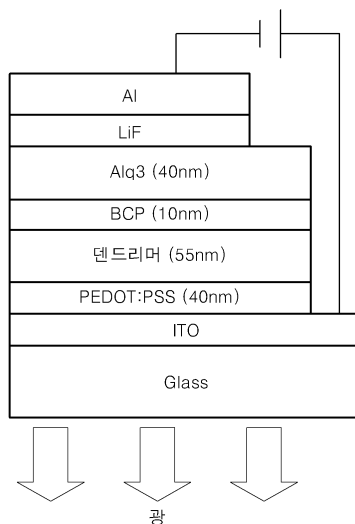
심사관 : 지무근

(54) 발명의 명칭 **이리듐 인광 덴드리머, 그 제조 방법 및 그것을 이용한 전계 발광 소자**

(57) 요약

이리듐(III) 코어를 카바졸계 덴드리머가 둘러싼 이리듐 인광 덴드리머가 제공된다. 좋은 자발적 필름 형성 특성을 나타내므로 전계 발광 소자에 효과적으로 사용될 수 있다.

대표도 - 도4a



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 10543

부처명 서울특별시

연구관리전문기관

연구사업명 서울시 산학연 협력사업-기술기반구축사업

연구과제명 나노바이오 시스템 및 응용소재

주관기관 서울대학교 산학협력단

연구기간 2005년 12월 01일 ~ 2010년 11월 30일

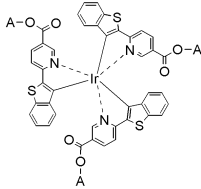
명세서

청구범위

청구항 1

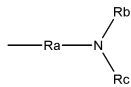
하기 화학식 1의 이리듐 인광 텐드리머:

<화학식 1>

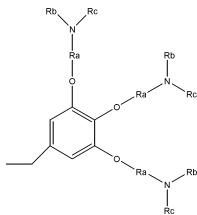


상기 식에서 A는 하기 화학식 2 내지 4 중 어느 하나인 카바졸계 텐드론을 나타낸다:

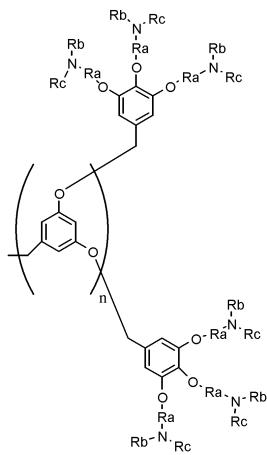
<화학식 2>



<화학식 3>



<화학식 4>



상기 화학식 2 내지 4 중, Ra는 C1-C22의 알킬렌기, C2-C22의 알케닐렌기, C5-C30의 아릴렌기, C6-C30의 아미노아릴렌기이고, 상기 알킬렌기, 아릴렌기 또는 아미노아릴렌기는 Si, B, O, P, N 및 S로부터 선택된 하나 이상의 헤테로 원자를 더 포함할 수 있고;

Rb 및 Rc는 각각 독립적으로 C1-C22의 알킬기, C5-C30의 아릴기, C6-C30의 아미노아릴기이고, 상기 알킬기, 아릴기 또는 아미노아릴기는 Si, B, O, P, N 및 S로부터 선택된 하나 이상의 헤테로 원자를 더 포함할 수 있고,

Rb와 Rc는 알킬렌 또는 알케닐렌으로 결합하여 융합 고리를 형성할 수 있고;

n은 1 내지 5의 정수이다.

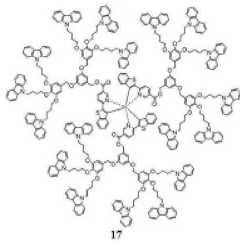
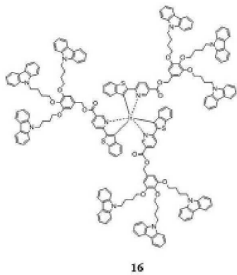
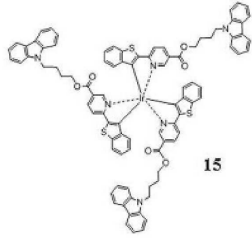
청구항 2

삭제

청구항 3

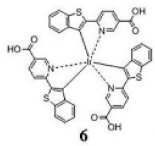
제 1항에 있어서,

하기 화합물 15, 화합물 16 및 화합물 17 중 어느 하나인 이리듐 인광 덴드리머:

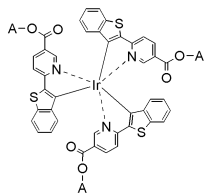


청구항 4

하기 화합물 6의 트리스-[2-벤조[b]티오펜-2-일-니코틴산] 이리듐(III) 착체와 카바졸계 알코올을 반응시키는 단계를 포함하는 하기 화학식 1의 이리듐 인광 덴드리머의 제조 방법:

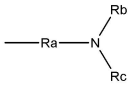


<화학식 1>

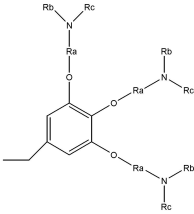


상기 화학식 1 중 A는 하기 화학식 2 내지 4 중 어느 하나인 카바졸계 덴드론을 나타낸다:

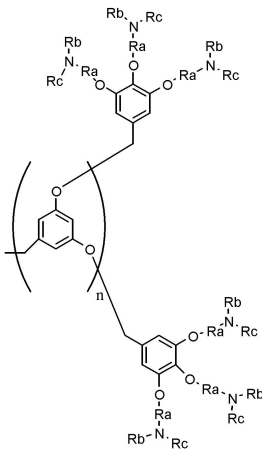
<화학식 2>



<화학식 3>



<화학식 4>



상기 화학식 2 내지 4 중, Ra는 C1-C22의 알킬렌기, C2-C22의 알케닐렌기, C5-C30의 아릴렌기, C6-C30의 아미노아릴렌기이고, 상기 알킬렌기, 아릴렌기 또는 아미노아릴렌기는 Si, B, O, P, N 및 S로부터 선택된 하나 이상의 헤테로 원자를 더 포함할 수 있고;

Rb 및 Rc는 각각 독립적으로 C1-C22의 알킬기, C5-C30의 아릴기, C6-C30의 아미노아릴기이고, 상기 알킬기, 아릴기 또는 아미노아릴기는 Si, B, O, P, N 및 S로부터 선택된 하나 이상의 헤테로 원자를 더 포함할 수 있고,

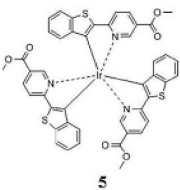
Rb와 Rc는 알킬렌 또는 알케닐렌으로 결합하여 융합 고리를 형성할 수 있고;

n은 1 내지 5의 정수이다.

청구항 5

제 4항에 있어서,

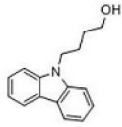
상기 화합물 6은 하기 화합물 5 및 리튬 하이드록사이드 모노하이드레이트(lithium hydroxide monohydrate)를 반응시켜 제조되는 방법:



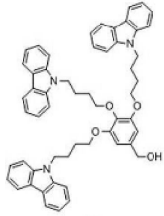
청구항 6

제 4항에 있어서,

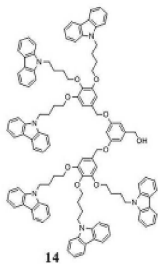
상기 카바졸계 알코올이 하기 화합물 10, 화합물 12 및 화합물 14 중 어느 하나의 화합물인 방법:



10



12



14

청구항 7

제 1항 또는 제 3항에 따른 이리듐 인광 덴드리머를 포함하는 전계 발광 소자.

청구항 8

제 7항에 있어서,

상기 이리듐 인광 덴드리머는 적색광을 방출하는 전계 발광 소자.

청구항 9

제 7항에 있어서,

상기 전계 발광 소자는 ITO/PEDOT:PSS (poly(3,4-ethylenedioxythiophene):poly(styrenesulfonate))/인광 덴드리머/BCP(2,9-dimethyl-4,7-diphenyl-1,10-phenanthroline)/Alq₃(tris-(8-hydroxyquinoline)aluminum)/LiF/Al 구조를 가지는 전계 발광 소자.

발명의 설명

발명의 상세한 설명

기술 분야

[0001] 이리듐 인광 덴드리머, 그 제조 방법 및 그것을 이용한 전계 발광 소자가 개시된다. 보다 상세하게는 좋은 자발적 필름 형성 특성을 나타내는 이리듐 인광 덴드리머, 그 제조 방법 및 그것을 이용한 전계 발광 소자가 개시된다.

배경 기술

[0002] 반도체성 유기물질은 전자공학 및 광전자공학 분야에서 훌륭한 후보물질로 상당한 관심을 받아 왔다. 이를 이용한 전계 발광 소자는 점차 인기를 끌고 있으며, 이미 평판 패널(flat-panel) 또는 플렉시블 디스플레이

(flexible display) 장치와 같은 실질적 응용에 이용되고 있다.

[0003] 특히 덴드리머 발광 물질(dendrimer light-emitting materials ; DLED)은 빠른 반응, 높은 밝기, 낮은 구동 전압, 장치 제조의 용이, 및 좋은 공정처리(processability)와 같은 이점을 제공한다.

[0004] 한편, 시클로메탈화 이리듐(III) 착체는 높은 인광 효율을 나타내는데, 이를 포함하는 전계 발광 소자는 반복된 열적 증발에 의하여 복수개의 유기층을 형성함으로써 제조하게 된다. 그러나, 전계 발광 소자를 제조하기 위한 열적 진공 증착과정(deposition process)은 상대적으로 복잡하고 비용이 든다. 또한 이리듐 착체를 호스트 폴리머(host polymer) 또는 커다란 분자내로 도핑(doping)하는 경우 인광 자체소광(self-quenching), 상분리(phase separation), 및 불충분한 에너지 전달로 인해 이것은 전류 밀도의 증가와 함께 발광 및 외부 양자 효율(external quantum efficiency ; EQE)의 빠른 붕괴를 유도한다. 따라서 호스트 없이 사용할 수 있고 용액 공정으로 유기층을 형성할 수 있는 이리듐 인광 덴드리머가 필요하다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

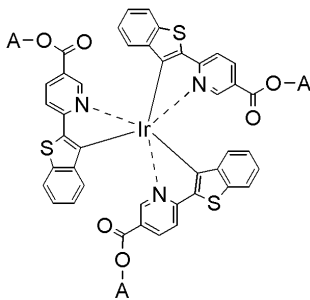
[0005] 좋은 자발적 필름 형성 특성을 나타내는 인광 덴드리머 및 그 제조방법을 제공하는 것이다.

[0006] 상기 인광 덴드리머를 사용한 전계 발광 소자를 제공하는 것이다.

과제 해결수단

[0007] 상기 과제를 해결하기 위하여, 일 측면에 따르면 하기 화학식 1의 이리듐 인광 덴드리머가 제공된다:

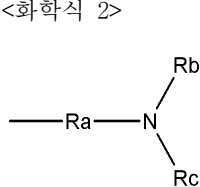
[0008] <화학식 1>



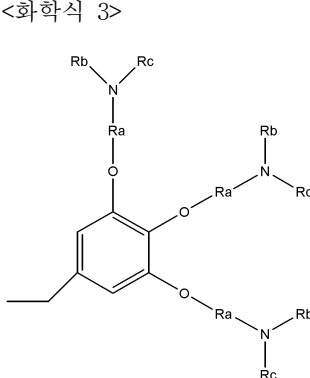
[0009] 상기 식에서 A는 카바졸계 덴드론을 나타낸다.

[0010] 일 구현예에 따르면 상기 A는 하기 화학식 2 내지 4 중 어느 하나일 수 있다:

[0011] <화학식 2>



[0012] <화학식 3>

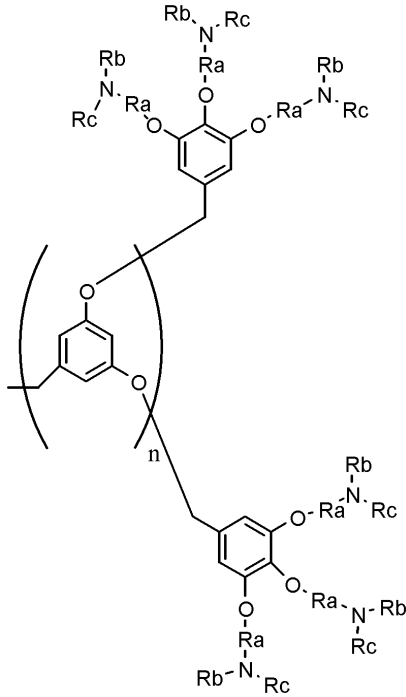


[0013]

[0014]

[0015]

[0016] <화학식 4>



[0017]

[0018] 상기 식들에서,

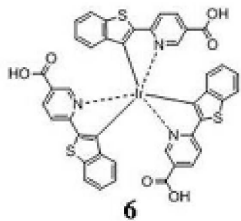
[0019] Ra는 C1-C22의 알킬렌기, C2-C22의 알케닐렌기, C5-C30의 아릴렌기, C6-C30의 아미노아릴렌기이고, 상기 알킬렌기, 아릴렌기 또는 아미노아릴렌기는 Si, B, O, P, N 및 S로부터 선택된 하나 이상의 헤테로 원자를 더 포함할 수 있고;

[0020] Rb 및 Rc는 각각 독립적으로 C1-C22의 알킬기, C5-C30의 아릴기, C6-C30의 아미노아릴기이고, 상기 알킬기, 아릴기 또는 아미노아릴기는 Si, B, O, P, N 및 S로부터 선택된 하나 이상의 헤테로 원자를 더 포함할 수 있고,

[0021] Rb와 Rc는 알킬렌 또는 알케닐렌으로 결합하여 융합 고리를 형성할 수 있고;

[0022] n은 1 내지 5의 정수이다.

[0023] 다른 측면에 따르면, 하기 화합물 6의 트리스-[2-벤조[b]티오펜-2-일-니코틴산] 이리듐 (III) 착체와 카바졸계 알코올을 반응시키는 단계를 포함하는 상기 화학식 1의 이리듐 인광 텐드리머의 제조 방법이 제공된다.



[0024]

[0025] 착체

[0026] 또 다른 측면에 따르면, 상기 화학식 1의 이리듐 인광 텐드리머를 포함하는 전계 발광 소자가 제공된다.

효과

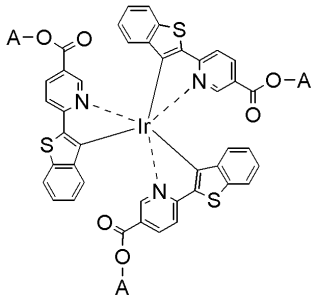
[0027] 일 측면에 따른 이리듐 인광 텐드리머는 좋은 자발적 필름 형성 특성을 나타내므로 전계 발광 소자에 효과적으로 사용될 수 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

[0028] 이하에서 예시적인 하나 이상의 구현예에 따른 이리듐 인광 텐드리머, 그 제조 방법 및 그것을 포함하는 전계 발광 소자에 대하여 더욱 상세히 설명한다.

[0029] 일 측면에 따른 이리듐 인광 텐드리머는 하기 화학식 1로 나타낼 수 있다:

[0030] <화학식 1>

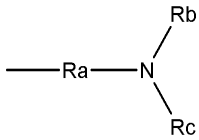


[0031]

[0032] 상기 식에서 A는 카바졸계 덴드론을 나타낸다.

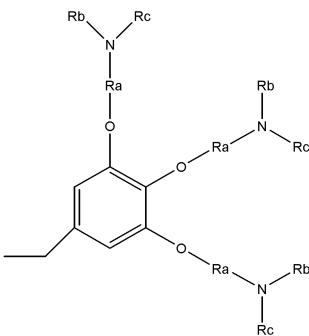
[0033] 상기 A는 하기 화학식 2 내지 4 중 어느 하나일 수 있다:

[0034] <화학식 2>



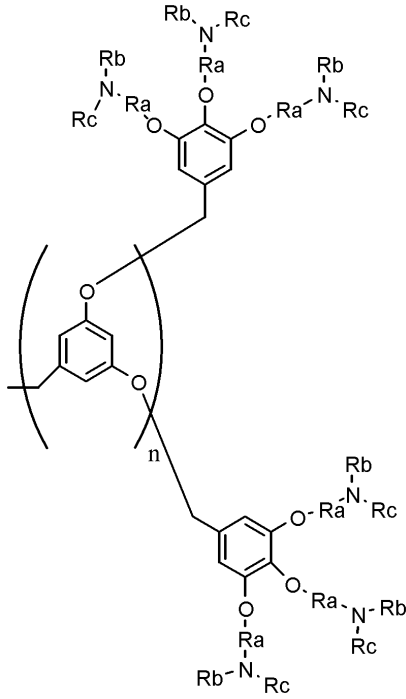
[0035]

[0036] <화학식 3>



[0037]

[0038] <화학식 4>



[0039]

[0040] 상기 식들에서,

[0041] Ra는 C1-C22의 알킬렌기, C2-C22의 알케닐렌기, C5-C30의 아릴렌기, C6-C30의 아미노아릴렌기이고, 상기 알킬렌기, 아릴렌기 또는 아미노아릴렌기는 Si, B, O, P, N 및 S로부터 선택된 하나 이상의 헤테로 원자를 더 포함할 수 있고;

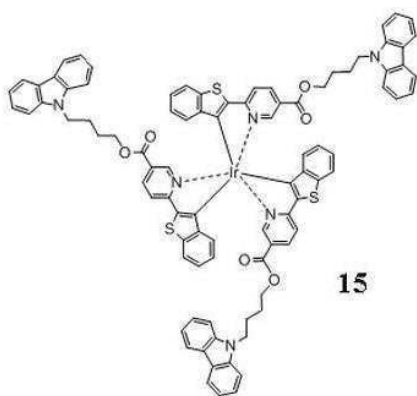
[0042] Rb 및 Rc는 각각 독립적으로 C1-C22의 알킬기, C5-C30의 아릴기, C6-C30의 아미노아릴기이고, 상기 알킬기, 아릴기 또는 아미노아릴기는 Si, B, O, P, N 및 S로부터 선택된 하나 이상의 헤테로 원자를 더 포함할 수 있고,

[0043] Rb와 Rc는 알킬렌 또는 알케닐렌으로 결합하여 융합 고리를 형성할 수 있고;

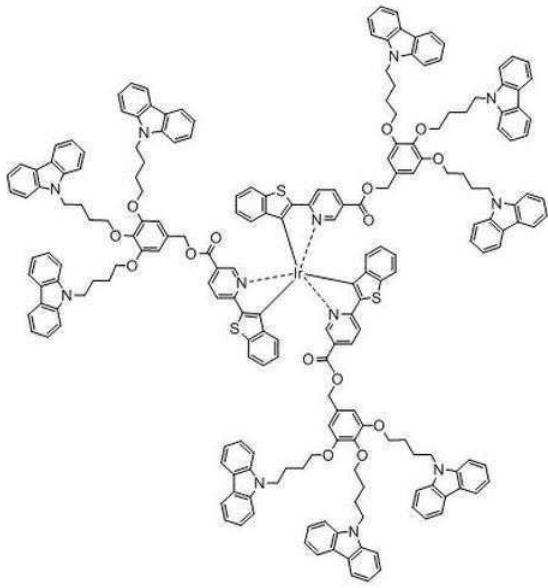
[0044] n은 1 내지 5의 정수이다.

[0045] 상기 인광 이리듐 덴드리머는 하기 화합물 15, 화합물 16 및 화합물 17 중 어느 하나의 화합물일 수 있다:

[0046] 삭제



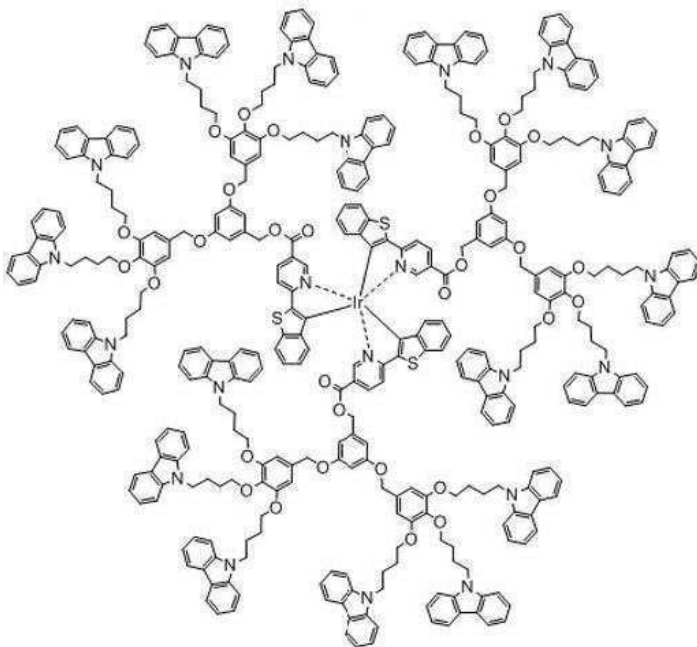
[0047]



16

[0048] 삭제

[0049] 삭제



17

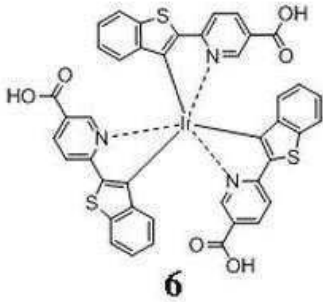
[0050]

[0051] 삭제

[0052] 상기 이리듐 인광 텐드리머는 적색광을 방출할 수 있다.

[0053] 상기 이리듐 인광 텐드리머는 동일한 텐드론이 각 리간드에 묶인 호모렙틱(homoleptic) 텐드리머이고, 이리듐 착체 코어가 카바졸계 텐드론에 의해 완전히 포위됨으로써 이리듐 착체 코어의 광물리적 특성을 유지할 수 있게 된다.

[0054] 상기 화학식 1의 이리듐 인광 텐드리머는 하기 화합물 5의 트리스-[2-벤조[b]티오펜-2-일-니코틴산] 이리듐(III) 화합물과 카바졸계 알코올을 반응시키는 단계를 포함하는 방법으로 제조될 수 있다:



[0055]

[0056] 삭제

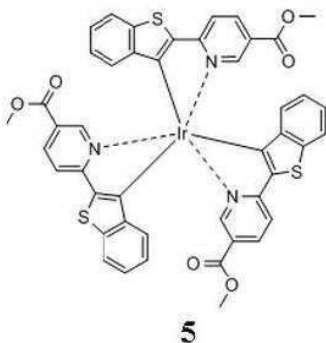
[0057] 즉, 트리스-(2-벤조[b]티오펜-2-일-니코틴산) 이리듐(III) 착체를 촉매 존재하에 카바졸계 알코올과 반응시켜 에스테르화(esterification)하여 상기 화학식 1의 이리듐 인광 텐드리머를 얻게 된다.

[0058] 보다 구체적으로는 상기 화합물 6의 트리스-[2-벤조[b]티오펜-2-일-니코틴산] 이리듐(III) 화합물과 카바졸계 알코올을 용매 중에서 용해시키는 단계; 상기 용액에 촉매, 예를 들면 DPTS(4-(Dimethylamino) pyridinium p-toluene sulfonate) 및 DCC(1,3-dicyclohexylcarbodiimide) 를 첨가하는 단계; 상기 용액을 비활성 분위기하에서 교반하는 단계; 및 상기 용액에 알코올을 첨가하여 침전을 형성시키는 단계를 포함하는 방법으로 제조될 수 있다.

[0059] 상기 방법에서 용매로는 메틸렌클로라이드, 클로로포름 등을 사용할 수 있다.

[0060] 상기 방법에서 침전 형성 시 사용되는 알코올로는 메탄올, 에탄올 등을 들 수 있다.

[0061] 상기 화합물 6은 하기 화합물 5와 리튬 하이드록사이드 모노하이드레이트(lithium hydroxide monohydrate)를 반응시켜 제조될 수 있다:



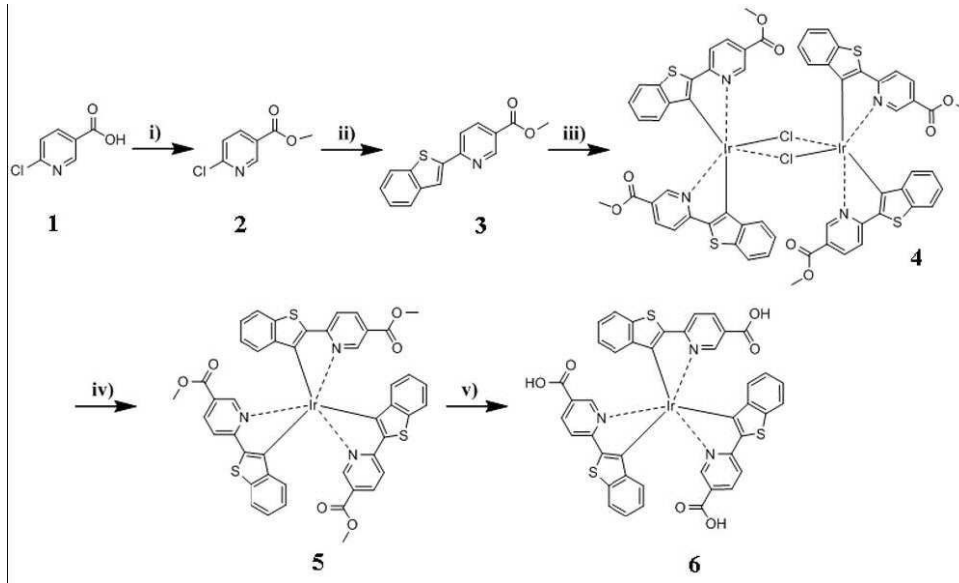
[0062]

[0063] 삭제

[0064]

[0065] 보다 구체적으로는, 화합물 6은 하기 반응식 1에 따라 제조될 수 있다:

[0066] <반응식 1>

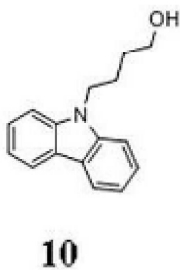


[0067]

[0068] 상기 반응식의 각 단계들에서 첨가되는 화합물 및 조건은 다음과 같다: (i) MeOH, H₂SO₄, 환류; (ii) 벤조[b]티오펜-2-일-보론산(benzo[b] thiophene-2-yl-boronic acid), 2 N Na₂CO₃, 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐(0) (tetrakis(triphenylphosphine)palladium(0)), 톨루엔:EtOH (3:1, v/v); (iii) 이리듐(III) 클로라이드 하이드레이트, 2-에톡시에탄올:H₂O (3:1, v/v), 120°C; (iv) 3,4,2-에톡시에탄올, 실버 트리플루오로아세테이트, 110°C; (v) LiOH/H₂O, THF:EtOH (3:1, v/v), 환류.

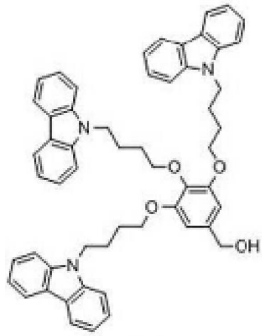
[0069] 보다 구체적으로는, 스즈키 커플링 반응(Suzuki coupling reaction)을 통해 상기 화합물 2 및 벤조[b]티오펜-2-일 보론산을 축합시켜 2-벤조[b]티오펜-2-일-니코틴산 메틸에스테르 (화합물 3)를 합성한다. 2-에톡시에탄올 및 물의 혼합 용매(3:1 v/v)에서 과량의 벤조티오펜 피리딜 리간드로 IrCl₃·3H₂O를 처리하여, 클로라이드가 연결 다리가 되는 이리듐 2량체(dimer)를 효율적으로 형성시킨다(화합물 4). 그리고 나서, 상기 클로라이드가 연결 다리가 된 2량체를 화합물 5로 전환시키고, 에스테르기를 카르복실산기로 변환시킨다.

[0070] 상기 이리듐 인광 텐드리머의 제조 방법에 사용되는 카바졸계 알코올은 하기 화합물 10, 화합물 12 및 화합물 14 중 어느 하나의 화합물일 수 있다:



[0071]

[0072] 삭제

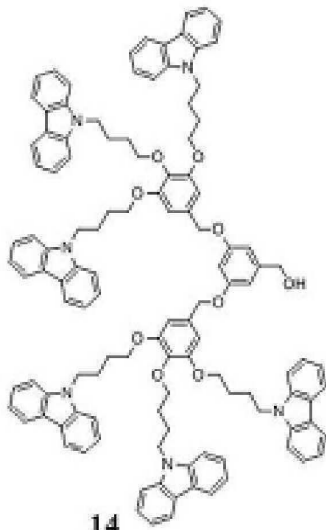


12

[0073]

[0074]

삭제



14

[0075]

[0076]

삭제

[0077]

즉, 상기 화합물 6과 상기 화합물 10을 반응시켜 상기 화합물 15(제1 세대 덴드리머)를 제조하거나, 상기 화합물 6과 상기 화합물 12를 반응시켜 상기 화합물 16(제2 세대 덴드리머)를 제조하거나, 상기 화합물 6과 상기 화합물 14를 반응시켜 상기 화합물 17(제3 세대 덴드리머)을 제조할 수 있다.

[0078]

상기 제조 방법으로 얻어지는 제1, 제2 및 제3 세대 이리듐 인광 덴드리머는 용액 공정으로 제조될 수 있는 발광 물질로서, 호스트 없는 전계 발광 소자에 매우 효율적으로 사용될 수 있다.

[0079]

또 다른 측면에 따른 전계 발광 소자는 상기 화학식 1의 이리듐 인광 덴드리머를 포함한다.

[0080]

상기 전계 발광 소자에서 상기 화학식 1의 이리듐 인광 덴드리머는 적색광을 방출할 수 있다.

[0081]

상기 전계 발광 소자는 ITO/PEDOT:PSS(poly(3,4-ethylenedioxythiophene):poly(styrenesulfonate))/덴드리머/BCP(2,9-dimethyl-4,7-diphenyl-1,10-phenanthroline)/Alq₃(tris-(8-hydroxyquinoline) aluminum)/LiF/Al 구조를 가질 수 있다.

[0082]

이하에서는 실시 예를 통하여 본 발명에 대하여 보다 상세히 설명하나, 본 발명이 하기 실시 예에 한정되는 것은 아니다.

- [0083] 모든 상업적으로 이용 가능한 출발물질 및 용매는 Aldrich, TCI, 및 Acros Co.로부터 구입하였고, 달리 언급되지 않는다면 추가적인 정제없이 사용하였다. HPLC-등급 DMF(dimethylformamide), THF(tetrahydrofuran), 및 MC(methylene chloride)는 Samchun chemical로부터 구입하였고, 사용 직전에 CaH₂로부터 증류하였다. 모든 반응은 달리 언급되지 않는다면 아르곤 대기하에서 수행하였다.
- [0084] ¹H NMR 스펙트럼은 Cambridge Isotope Laboratories, Inc.로부터 구입한 중소화된 클로로포름(deuterated chloroform)을 사용하여 Varian Mercury NMR 300 MHz spectrometer로 기록하였다. ¹³C NMR 스펙트럼은 Varian Inova-500 spectrometer를 사용하여 기록하였다. 원소분석은 EA1112(Thermo Electron Corp.) 원소분석기(elemental analyzer)를 사용하여 수행하였다. MALDI-TOF 분석은 Voyager-DE STR MADI-TOF(matrix; DHB) mass spectrometer로 수행하였다. 열적 특성(Thermal properties)은 질소분위기 하에서 Mettler DSC 821^e 및 Mettler TGA 50으로 평가하였다. 합성된 화합물의 산화환원 성질(redox properties)은 cyclic voltammetry(Model: EA161 eDAQ)에 의해 조사하였다. 이 때 클로로포름을 용매로 사용하여 백금판 위에 이리듐 인광 덴드리머의 박막을 코팅하였다.
- [0085] 제조예 1: 화합물 6의 합성
- [0086] (1) 메틸 6-클로로니코티네이트(화합물 2)
- [0087] 오븐-건조된 500 ml 둥근 바닥 플라스크(round bottom flask ; RBF)에 200 ml의 깨끗이 증류된 MeOH를 넣고 여기에 6-클로로니코틴산(화합물 1) (14.4 g, 91.3 mmol)을 가득 채웠다. 실온에서 상기 혼합액에 H₂SO₄(1.22 ml, 22.8 mmol)를 적가하였다. 상기 혼합액을 60°C에서 6시간 동안 교반하였다. pH 8에서 에틸아세테이트(ethyl acetate)로 유기상을 분리하여 추출하였다. 그리고 나서, 상기 유기물을 Na₂SO₄와 합하여 건조시켰다. 상기 혼합액을 여과한 후에, 용매를 증발시켜 정제되지 않은 산물을 얻었다. 그리고 나서, 그 결과로 얻어진 상기 정제되지 않은 산물을 실리카 겔 컬럼 크로마토그래피(전개액(*eluent*): 메틸렌클로라이드: 헥산 = 1:10 v/v)로 정제하여 10.5 g(73%)의 메틸 6-클로로니코티네이트(화합물 2)를 얻었다.
- [0088] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ(ppm) 3.94 (s, 3H), 7.42 (d, *J* = 7.2 Hz, 1H), 8.25 (d, *J* = 7.8 Hz, 1H), 8.99 (s, 1H).
- [0089] ¹³C NMR (125 MHz, CDCl₃): δ(ppm) 165.06, 164.06, 154.24, 147.46, 144.33, 142.77, 138.93, 135.38, 126.30, 125.35, 124.25, 123.19, 120.92, 117.62, 52.55.
- [0090] C₇H₈ClNO₂에 대해 계산된 EA(CHN) 분석: C, 49.00; H, 3.52; N, 8.16 : 측정치 C, 50.01; H, 3.69; N, 8.34
- [0091] (2) 메틸 6-(벤조[b]티오펜-2-일)니코티네이트(화합물 3)
- [0092] 화합물 2(5.0 g, 29.1 mmol), 벤조[b]티오펜-2-일 보론산(6.23 g, 35.0 mmol), 및 테트라키스-(트리페닐포스핀)팔라듐(0)(1.07 g, 0.87 mmol)을 환류 냉각기가 구비된 RBF에 첨가하고 톨루엔(150 ml) 및 에탄올(50 ml)의 혼합 용매 시스템에 용해시켰다. 50 ml의 수용성 2 N 소듐 카보네이트 용액을 첨가한 후에, 상기 반응 혼합액을 이틀 동안 80°C로 가열시켰다. 메틸렌 클로라이드(methylene chloride)로 유기상을 분리하고 추출하였다. 그리고 나서, 유기물을 Na₂SO₄와 합하여 건조시키고 여과시켰다. 용매를 증발시켜 정제하지 않은 산물을 얻었다. 그리고 나서, 그 결과로 얻어진 상기 정제하지 않은 산물을 실리카 겔 컬럼 크로마토그래피(전개액(*eluent*): 에틸아세테이트:메틸렌 클로라이드 = 1:30 v/v)로 정제하여 6.12 g(78%)의 메틸 6-(벤조 [b]티오펜 -2-일)니코티네이트(화합물 3)을 얻었다.
- [0093] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ(ppm) 3.97 (s, 3H), 7.40 (d, *J* = 7.50 Hz, 2H), 7.81~7.90 (m, 3H), 7.91 (s,

1H), 8.34 (d, $J = 8.10$ Hz, 1H), 9.21 (s, 1H).

[0094] ^{13}C NMR (125 MHz, CDCl_3): δ (ppm) 165.74, 156.10, 151.26, 143.79, 141.45, 140.42, 137.88, 125.88, 124.92, 124.70, 124.60, 123.28, 122.85, 119.07, 52.60.

[0095] $\text{C}_{15}\text{H}_{11}\text{N}_2\text{O}_2$ 에 대해 계산된 EA(CHN) 분석: C, 66.89; H, 4.12; N, 5.20 : 측정치 C, 66.76; H, 4.00; N, 4.94

[0096] (3) *i*-클로라이드-Ir(III) 다이머(화합물 4)

[0097] 화합물 3 (3.0 g, 11.3 mmol) 및 이리듐(III) 클로라이드 하이드레이트(1.60 g, 5.36 mmol)를 에톡시에탄올 (ethoxyethanol)(30 ml) 및 물(10 ml)의 혼합 용매에 용해시켰다. 상기 반응 혼합액을 20시간 동안 120°C에서 교반하였다. 상기 반응 혼합액을 실온으로 냉각시켜 붉은색 침전물을 얻었다. 상기 침전물을 여과하고 용매 H_2O 및 MeOH로 세척하였다. 그리고 나서, 그 결과로 얻어진 정제하지 않은 산물을 메틸렌 클로라이드로 재결정하여 2.54 g(62%)의 *i*-클로라이드-Ir(III) 다이머(화합물 4)를 얻었다.

[0098] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ (ppm) 3.91 (s, 12H), 5.67 (d, $J = 8.4$ Hz, 1H), 7.08 (t, $J = 7.5$ Hz, 1H), 7.62 (d, $J = 8.1$ Hz, 1H), 7.68 (d, $J = 8.1$ Hz, 1H), 8.30 (d, $J = 7.8$ Hz, 1H), 9.76 (s, 1H).

[0099] ^{13}C NMR (125 MHz, CDCl_3): δ (ppm) 165.58, 164.06, 154.24, 147.46, 144.33, 142.77, 138.93, 135.38, 126.30, 125.35, 124.25, 123.19, 120.92, 117.62, 52.55.

[0100] $\text{C}_{60}\text{H}_{40}\text{C}_{12}\text{Ir}_2\text{N}_4\text{O}_8\text{S}_4$ 에 대해 계산된 EA(CHN) 분석: C, 47.14; H, 2.64; N, 3.67 측정치 C, 46.57; H, 2.69; N, 3.35

[0101] (4) 트리스-(2-벤조[b]티오펜-2-일-니코티네이트) 이리듐(III) 착체 (화합물 5)

[0102] 화합물 4(0.90 g, 0.61 mmol), 화합물 3(0.48 g, 1.83 mmol), 및 실버 트리플루오로아세테이트 (0.3 g, 1.34 mmol)를 에톡시에탄올(30 ml)에 용해시켰다. 기체 제거(degassing) 이후에, 상기 반응 혼합액을 24시간 동안 100°C에서 교반하였다. 그리고 나서, 상기 반응 혼합액을 실온으로 냉각하여 붉은색 침전물을 얻었다. 상기 침전물을 여과한 다음 H_2O 및 메탄올로 세척하였다. 그리고 나서, 그 결과로 얻어진 정제하지 않은 산물을 실리카 겔 컬럼 크로마토그래피(전개액(Eluent): 에틸 아세테이트:클로로포름 = 1:50 v/v)로 정제하여 0.80 g(66%)의 Ir(III)-에스테르(화합물5)를 얻었다.

[0103] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ (ppm) 3.59 (s, 3H), 3.67 (s, 3H, OCH_3), 3.75 (s, 3H, OCH_3), 6.27 (t, $J = 6.3$ Hz, 2H), 6.59 (d, $J = 8.4$ Hz, 1H), 6.83 (t, $J = 8.1$ Hz, 1H), 6.89 (m, 2H), 7.16~7.31 (m, 3H), 7.52 (d, $J = 8.4$ Hz, 1H), 7.59 (d, $J = 8.4$ Hz, 1H), 7.69 (d, $J = 8.4$ Hz, 1H), 7.77~7.89 (m, 3H), 8.06 (d, $J = 8.6$ Hz, 1H), 8.15~8.32 (m, 3H), 8.26 (s, 1H), 8.46 (s, 1H).

[0104] ^{13}C NMR (125 MHz, CDCl_3): δ (ppm) 180.88, 180.85, 177.41, 170.07, 168.13, 167.09, 164.53, 164.43, 164.16, 160.33, 156.55, 153.29, 151.58, 147.75, 147.61, 147.28, 145.38, 144.96, 143.73, 139.35, 139.02, 138.65, 137.96, 136.72, 136.69, 132.68, 129.06, 127.06, 126.78, 126.45, 126.39, 124.38, 124.28, 123.22, 123.04, 122.99, 122.39, 121.98, 120.18, 118.66, 118.08, 117.22, 52.50, 52.47, 52.43.

[0105] $\text{C}_{45}\text{H}_{30}\text{IrN}_3\text{O}_6\text{S}_3$ 에 대해 계산된 EA(CHN) 분석: C, 54.20; H, 3.03; N, 4.21 측정치 C, 53.57; H, 3.01; N, 3.98.

[0106] (5) 트리스-(2-벤조[b]티오펜-2-일-니코틴산) 이리듐(III) 착체 (화합물 6)

[0107] 화합물 5(0.60 g, 0.60 mmol) 및 리튬 하이드록사이드 모노하이드레이트 (0.19 g, 4.51 mmol)를 THF:EtOH(3:1 v/v)의 혼합 용매 시스템에 용해시켰다. 2시간 후에 상기 혼합액에 H_2O (50 ml)를 첨가하였다. 24시간 동안 80°C의 온도를 유지시켰다. pH 3에서 에틸아세테이트로 유기 혼합액을 추출하였다. 그리고 나서, 상기 유기물을

Na₂SO₄와 합하여 건조 및 여과한 다음, 상기 용매를 진공하에서(*in vacuo*) 제거하였다. 그리고 나서, 상기 고형물을 에틸아세테이트 및 CHCl₃로 결정화시켜 0.54 g(94%)의 Ir(III)-카르복실산 (화합물 6)을 얻었다.

[0108] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ(ppm) 6.08 (d, *J* = 8.1 Hz, 1H), 6.17 (d, *J* = 8.1 Hz, 1H), 6.42 (d, *J* = 8.1 Hz, 1H), 6.72 (t, *J* = 7.8 Hz, 1H), 6.75~6.93 (m, 2H), 7.17 (t, *J* = 7.8 Hz, 1H), 7.27 (m, 2H), 7.79 (d, *J* = 8.4 Hz, 1H), 7.94~8.08 (m, 5H), 8.10~8.18 (m, 3H), 8.24~8.31 (m, 2H), 8.42 (s, 1H).

[0109] ¹³C NMR (125 MHz, CDCl₃): δ(ppm) 180.73, 180.25, 177.35, 170.93, 168.25, 167.76, 164.62, 164.61, 164.25, 160.82, 156.55, 154.86, 151.58, 147.75, 147.61, 147.28, 145.38, 144.77, 143.24, 139.35, 139.02, 138.08, 137.96, 136.72, 136.69, 132.68, 130.52, 127.06, 126.78, 126.45, 126.39, 124.38, 124.28, 123.22, 123.04, 122.99, 122.39, 121.92, 120.18, 118.66, 118.08, 117.22.

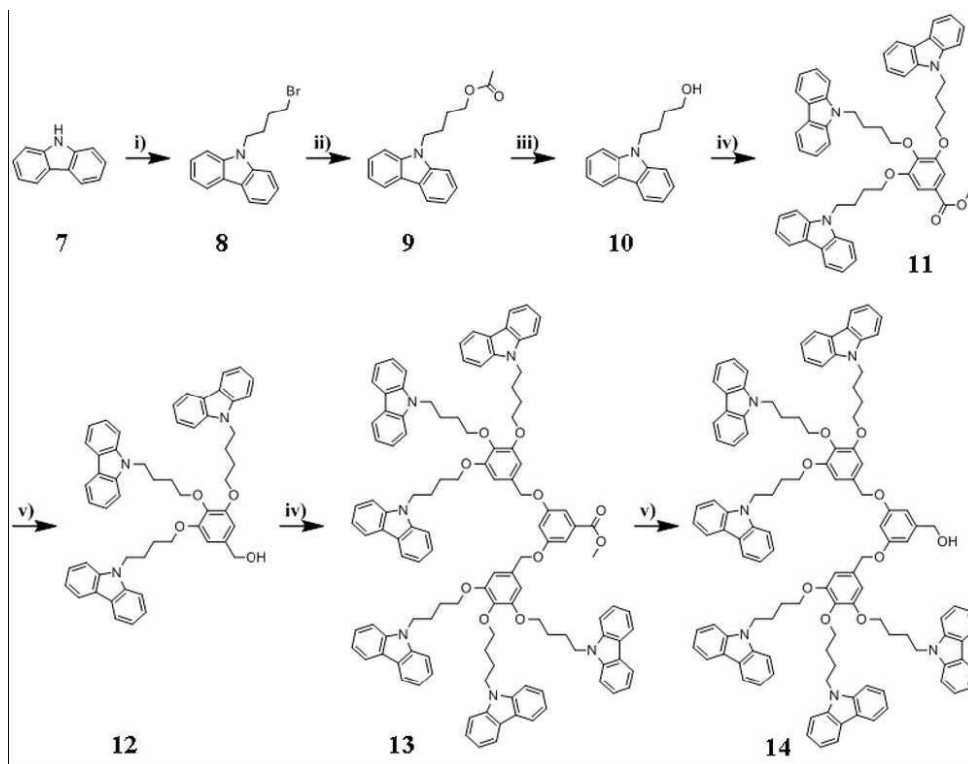
[0110] C₄₂H₂₄IrN₃O₆S₃에 대해 계산된 EA(CHN) 분석: C, 52.82; H, 2.53; N, 4.40 측정치 C, 52.50; H, 2.65; N, 4.35

[0111]

[0112] 제조예 2: 카바졸계 덴드론(carbazole-based dendron)의 합성

[0113] 하기 화합물 10, 12 및 14의 카바졸계 덴드론은 하기 반응식 2에 의해 제조될 수 있다:

[0114] <반응식 2>



[0115]

[0116] 상기 반응식 2의 각 단계에서 첨가되는 화합물 및 조건은 다음과 같다: (i) 디브로모부탄, NaH, MF; (ii) 포타슘 아세테이트, DMF, 110°C; (iii) LiOH, THF, 환류; (iv) 메틸 3,5- 디히드록시벤조에이트, K₂CO₃, DMF, 환류; (v) LiAlH₄, THF, 환류, NaOH

[0117] (1) 9-(4-브로모부틸)-9H-카바졸 (화합물 8)

[0118] 1,4-디브로모부탄 (640.2 g, 3.00 mol) 및 소듐 하이드라이드 (30.1 g, 0.60 mol, 55%)를 아르곤 분위기 하에서 500 ml의 DMF과 혼합하였다. 카바졸 (100.0 g, 0.60 mol)을 천천히 첨가한 다음 실온에서 6시간 동안 교반하

였다. 진공 증류로 DMF를 제거하였다. 그런 다음 9-(4-브로모부틸)-9H-카바졸을 깨끗한 컬럼에서 정제하였다. 그 결과로 얻어진 산물을 실리카 겔 컬럼 크로마토그래피(전개액(*eluent*): 에틸 아세테이트: 헥산 = 1:50 v/v)로 정제하여 112 g(62%)의 9-(4-브로모부틸)-9H-카바졸 (화합물 8)을 얻었다.

[0119] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ (ppm) 1.94~1.99 (m, 2H), 2.01~2.07 (m, 2H), 3.40 (t, 2H), 4.33 (t, 2H), 7.25~7.32 (m, 2H), 7.41 (d, $J = 8.4$ Hz, 2H), 7.46 (t, $J = 8.4$ Hz, 2H), 8.15 (d, $J = 8.1$ Hz, 2H).

[0120] ^{13}C NMR (125 MHz, CDCl_3): δ (ppm) 130.82, 122.24, 120.15, 119.34, 118.95, 111.13, 59.93, 33.45, 30.57, 28.84.

[0121] $\text{C}_{16}\text{H}_{16}\text{BrN}$ 에 대해 계산된 EA(CHN) 분석: C, 63.59; H, 5.34; N, 4.63: 측정치 C, 63.78; H, 5.63; N, 4.73.

[0122] (2) 4-(9H-카바졸-9-일)부틸 아세테이트 (화합물 9)

[0123] 화합물 8(40.1 g, 0.133 mol) 및 포타슘 아세테이트 (19.5 g, 1.99 mol)를 아르곤 분위기 하에서 300 ml의 DMF와 혼합하였다. 상기 반응 혼합액을 110°C에서 12시간 동안 교반하였다. 에틸아세테이트로 유기상을 분리하고 추출하였다. 그리고 나서, 수집된 상기 유기물을 Na_2SO_4 와 합하여 건조 및 여과시켰다. 상기 용매를 증발시켜 정제하지 않은 산물을 얻었다. 그 결과로 얻어진 산물을 실리카 겔 컬럼 크로마토그래피(전개액(*eluent*): 에틸 아세테이트: 메틸클로라이드 = 1:30 v/v)로 정제하여 35 g(93%)의 4-(9H-카바졸-9-일)부틸 아세테이트 (화합물 9)를 얻었다.

[0124] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ (ppm) 1.68~1.76 (m, 2H), 1.94~1.98 (m, 2H), 2.02 (s, 3H), 4.06 (t, 2H), 4.38 (t, 2H), 7.27~7.32 (m, 2H), 7.41 (d, $J = 8.4$ Hz, 2H), 7.50 (t, $J = 8.1$ Hz, 2H), 8.12 (d, $J = 8.4$ Hz, 2H).

[0125] ^{13}C NMR (125 MHz, CDCl_3): δ (ppm) 170.68, 130.85, 122.36, 120.15, 119.53, 118.84, 111.48, 64.69, 60.83, 26.57, 25.78, 20.74.

[0126] $\text{C}_{18}\text{H}_{19}\text{NO}_2$ 에 대해 계산된 EA(CHN) 분석: C, 76.84; H, 6.81; N, 4.98: 측정치 C, 77.18; H, 6.61; N, 4.85.

[0127] (3) 4-(9H-카바졸-9-일)부탄-1-올 (화합물 10)

[0128] 화합물 9(35.1 g, 0.125 mol) 및 리튬 하이드록사이드 모노하이드레이트 (13.0 g, 0.31 mol)를 200 ml THF에 용해시켰다. 상기 반응 혼합액을 12시간 동안 80°C에서 교반하였다. 상기 혼합액을 여과시키고 균질한 용액을 증발시켜 정제하지 않은 산물을 얻었다. 그 결과로 얻어진 산물을 실리카 겔 컬럼 크로마토그래피(전개액(*eluent*): 에틸아세테이트: 메틸렌클로라이드 = 1:10 v/v)로 여과시켜 26 g(86%)의 4-(9H-카바졸-9-일)부탄-1-올 (화합물 10)을 얻었다. (수율 86%)

[0129] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ (ppm) 1.24 (s, 1H), 1.60~1.65 (m, 2H), 1.95~1.99 (m, 2H), 3.64 (t, 2H), 4.37 (t, 2H), 7.21~7.26 (m, 2H), 7.43 (d, $J = 8.4$ Hz, 2H), 7.50 (t, $J = 8.1$ Hz, 2H), 8.12 (d, $J = 8.4$ Hz, 2H).

[0130] ^{13}C NMR (125 MHz, CDCl_3): δ (ppm) 131.55, 123.56, 121.63, 119.93, 119.04, 111.68, 62.89, 60.85, 29.07, 26.53.

[0131] $\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{NO}$ 에 대해 계산된 EA(CHN) 분석: C, 80.30; H, 7.16; N, 5.85: 측정치 C, 80.26; H, 7.34; N, 5.73

[0132] (4) 메틸 3,4,5-트리스(4-(9H-카바졸-9-일)부톡시)벤조에이트 (화합물 11)

[0133] 화합물 10 (20.0 g, 66.2 mmol); 메틸 3,4,5-트리히드록시벤조에이트 (3.68 g, 22.0 mmol); 및 탄산칼륨 (9.0 g,

66.2 mmol)를 아르콘 분위기 하의 100 ml의 DMF에 혼합하였다. 메틸렌클로라이드로 상기 유기상을 분리하고 추출하였다. 그리고 나서, 상기 유기물을 Na₂SO₄와 화합하여 건조시킨 후 여과시켰다. 상기 용매를 증발시켜 정제하지 않은 산물을 얻고, 이것을 실리카 겔 컬럼 크로마토그래피(전개액(*eluent*): 에틸 아세테이트: 메틸렌클로라이드 = 1:30 v/v)로 정제시켜 16 g(85%)의 메틸 3,4,5-트리스(4-(9H-카바졸-9-일)부톡시)벤조에이트 (화합물 11)를 얻었다.

[0134] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ (ppm) 1.69~1.77 (m, 6H), 1.94~2.04 (m, 6H), 3.81 (t, 2H), 3.84(s, 3H), 3.91 (t, 4H), 4.12 (t, 2H), 4.19 (t, 4H), 7.16 (s, 2H), 7.18 (t, *J* = 8.4 Hz, 6H), 7.30~7.34 (m, 6H), 7.39 (t, *J* = 8.4 Hz, 6H), 8.07 (d, *J* = 8.4 Hz, 6H).

[0135] ¹³C NMR (125 MHz, CDCl₃): δ (ppm) 165.94, 153.17, 140.82, 140.47, 138.38, 136.39, 125.78, 125.73, 122.97, 122.93, 120.51, 120.49, 118.97, 118.91, 108.93, 108.80, 105.40, 72.85, 68.71, 65.53, 51.54, 42.66, 27.91, 27.22, 25.99, 25.96.

[0136] C₅₆H₅₃N₃O₅에 대해 계산된 EA(CHN) 분석 : C, 79.31; H, 6.30; N, 4.95 : 측정치 C, 79.46; H, 6.52; N, 5.04

[0137] (5) (3,4,5-트리스(4-(9H-카바졸-9-일)부톡시)페닐)메탄올 (화합물 12)

[0138] 오븐-건조되고 자기 교반되는 500 ml RBF에 100 ml 증류된 THF내 LiAlH₄에 화합물 4(2.2 g, 0.038 mol) 용액을 가득 채웠다. 그리고 나서, 화합물 11(15.0 g, 0.023 mol)의 THF 용액을 0.5 시간에 걸쳐 방울방울 첨가하였다. 상기 반응을 80℃에서 2시간 동안 유지시킨 후에, 1 N NaOH를 천천히 첨가하였다. 상기 유기상을 클로로포름으로 분리하여 추출하였다. 그리고 나서, 상기 유기물을 Na₂SO₄로 건조시키고 여과시켰다. 상기 용매를 증발시켜 정제하지 않은 산물을 얻었다. 그리고 나서, 그 결과로 얻어진 정제하지 않은 산물을 실리카 겔 컬럼 크로마토그래피(전개액(*eluent*): 클로로포름:에틸 아세테이트 = 1:50 v/v)로 정제하여 13.2 g(92%)의 (3,4,5-트리스(4-(9H-카바졸-9-일)부톡시)페닐)메탄올 (화합물 12)를 얻었다. (수율 92%)

[0139] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ (ppm) 1.71~1.78 (m, 6H), 1.95~2.02 (m, 6H), 3.82 (t, 2H), 3.90 (t, 4H), 4.14 (t, 2H), 4.21 (t, 4H), 4.52 (s, 1H, OH), 6.45 (s, 2H), 7.19 (t, *J* = 8.4 Hz, 6H), 7.32 (m, 6H), 7.40 (t, *J* = 8.4 Hz, 6H), 8.08 (d, *J* = 8.4 Hz, 6H).

[0140] ¹³C NMR (125 MHz, CDCl₃): δ (ppm) 153.01, 140.49, 140.47, 137.17, 136.53, 125.78, 125.73, 122.97, 122.93, 120.51, 120.49, 118.97, 118.91, 108.93, 108.80, 105.40, 72.85, 68.71, 65.53, 42.836, 42.66, 27.91, 27.22, 25.99, 25.96.

[0141] C₅₅H₅₃N₃O₄에 대해 계산된 EA(CHN) 분석: C, 80.56; H, 6.51; N, 5.12: 측정치 C, 80.69; H, 6.65; N, 5.14

[0142] (6) 메틸 3,5-비스(3,4,5-트리스(4-(9H-카바졸-9-일)부톡시)벤질옥시)벤조에이트 (화합물 13)

[0143] RBF에 THF (300 ml) 중의 화합물 12(2.00 g, 2.44 mmol); 메틸 3,5-디히드록시벤조에이트(185 mg, 1.10 mmol); 트리부틸포스핀(2.96 g, 14.6 mmol); 및 N, N-디이소프로필에틸아민 (DIEA)(1.89 g, 14.6 mmol)를 첨가하였다. 10분의 시간에 걸쳐 상기 반응 혼합액에 디이소프로필아조디카르복실레이트 (DIAD)(2.90 ml, 14.6 mmol)를 방울방울 첨가하였다. 상기 반응 혼합액을 3일 동안 실온에서 교반하였다. 상기 유기상을 메틸렌클로라이드로 분리하고 추출하였다. 그리고 나서, 상기 유기물을 Na₂SO₄로 건조시키고 여과시켰다. 상기 용매를 증발시켜 정제하지 않은 산물을 얻었다. 이것을 실리카 겔 컬럼 크로마토그래피(전개액(*eluent*): 헥산" 메틸렌 클로라이드 = 1:50 v/v)로 정제하여 2.38 g(55%)의 메틸 3,5-비스(3,4,5-트리스(4-(9H-카바졸-9-일)부톡시)벤질옥시)벤조에이트 (화합물 13)를 얻었다.

[0144] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ (ppm) 1.67~1.72 (m, 12H) 1.89~1.94 (m, 12H) 3.83~3.87 (m, 15H), 4.18~4.22 (m, 12H), 4.87(s, 4H), 6.69 (s, 1H), 7.12(s, 2H), 7.18 (t, *J* = 8.4 Hz, 12H), 7.26~7.34 (m, 12H), 7.39

(t, $J = 8.4$ Hz, 12H), 7.63 (d, $J = 7.5$ Hz, 2H) 8.06 (d, $J = 8.4$ Hz, 12H).

[0145] ^{13}C NMR (125 MHz, CDCl_3): δ (ppm) 166.77, 159.81, 154.88, 153.02, 140.42, 140.39, 137.63, 132.19, 131.74, 129.40, 125.73, 125.69, 122.90, 122.88, 121.61, 120.46, 120.44, 118.93, 118.87, 108.87, 108.73, 108.41, 107.34, 106.26, 72.78, 70.54, 68.67, 52.41, 42.74, 42.54, 29.83, 27.85, 27.11, 25.90, 25.87.

[0146] $\text{C}_{118}\text{H}_{110}\text{N}_6\text{O}_{10}$ 에 대해 계산된 EA(CHN) 분석: C, 79.97; H, 6.26; N, 4.74: 측정치 C, 80.32; H, 6.17; N, 4.78

[0147] (7) (3,5-비스(3,4,5-트리스(4-(9H-카바졸-9-일)부톡시)벤질옥시)페닐)메탄올 (화합물 14)

[0148] 오븐-건조되고 자기 교반되는 100 ml RBF에 40 ml의 신선하게 증류된 THF내 LiAlH_4 (9 mg, 0.141 mmol) 용액을 가득 채웠다. 그리고 나서, 화합물 13(0.17 g, 0.0564 mmol)의 THF 용액을 0.5 시간에 걸쳐 방울방울 첨가하였다. 80°C에서 2시간동안 상기 반응 혼합액을 혼합한 후에, 1 N NaOH를 천천히 첨가하였다. 상기 유기상을 클로로포름으로 분리하고 추출하였다. 그리고 나서, 상기 유기물을 Na_2SO_4 에서 건조하고 여과시켰다. 상기 용매를 증발시켜 정제하지 않은 산물을 얻었다. 그리고 나서, 그 결과로 얻어진 정제하지 않은 산물을 실리카 겔 컬럼 크로마토그래피(전개액(*eluent*): 클로로포름: 에틸아세테이트 = 1:50 v/v)로 정제하여 0.14 g(76%)의 (3,5-비스(3,4,5-트리스(4-(9H-카바졸-9-일)부톡시)벤질옥시)페닐)메탄올 (화합물 14)를 얻었다. (수율 76%)

[0149] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ (ppm) 1.65~1.71 (m, 12H), 1.90~1.96 (m, 12H), 3.81~3.88 (m, 12H), 4.15~4.21 (m, 12H), 4.60 (s, 2H), 4.84 (s, 4H), 6.48 (s, 4H), 6.59 (s, 1H), 7.17 (t, $J = 8.4$ Hz, 12H), 7.25~7.32 (m, 12H), 7.38 (t, $J = 8.4$ Hz, 12H), 7.61 (d, $J = 7.5$ Hz, 2H) 8.05 (d, $J = 8.4$ Hz, 12H).

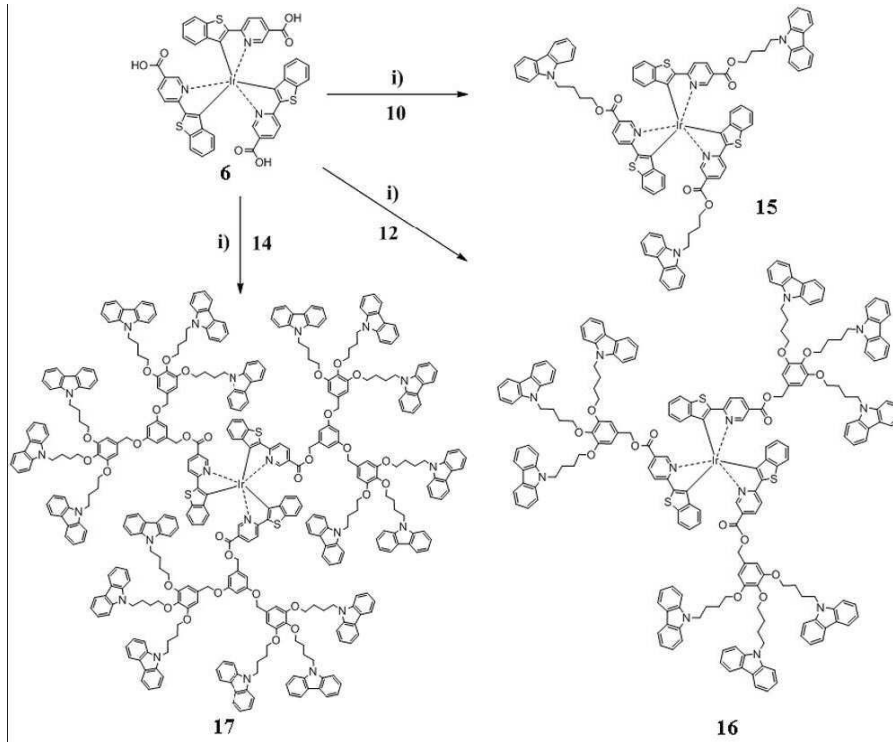
[0150] ^{13}C NMR (125 MHz, CDCl_3): δ (ppm) 160.21, 154.95, 153.06, 143.62, 140.47, 140.44, 137.60, 132.18, 129.48, 125.76, 125.73, 122.95, 122.95, 121.70, 120.50, 118.97, 118.91, 108.91, 108.77, 106.25, 105.75, 101.38, 72.84, 70.37, 68.73, 65.34, 42.81, 42.62, 27.90, 27.17, 25.96, 25.92.

[0151] $\text{C}_{117}\text{H}_{110}\text{N}_6\text{O}_9$ 에 대해 계산된 EA(CHN) 분석: C, 80.57; H, 6.36; N, 4.82: 측정치 C, 80.74; H, 6.15; N, 4.86.

[0152] 실시예 1 내지 3: 이리듐 인광 덴드리머의 합성

[0153] 하기 화합물 15, 16 및 17의 이리듐 인광 덴드리머를 하기 반응식 3에 따라 제조하였다:

[0154] <반응식 3>



[0155]

[0156] 상기 반응식 3의 각 단계에서 첨가되는 화합물 및 조건은 다음과 같다: (i) DPTS, DCC, 메틸렌 클로라이드, 실온. DPTS: 4-(디메틸아미노)-피리디늄-*p*-톨루엔설포네이트, DCC: 1,3-디시클로헥실카르보다이미드.

[0157] 실시예 1: 제1 세대 덴드리머 (화합물 15)

[0158] 화합물 6(0.20 g, 0.209 mmol) 및 화합물 10(0.20 g, 0.838 mmol)을 50 ml 메틸렌 클로라이드에 용해시켰다. 4-(디메틸아미노) 피리디늄 *p*-톨루엔 설포네이트 (DPTS, 0.18 g, 0.628 mmol) 및 0.30 g의 1,3-디시클로헥실카르보다이미드 (DCC, 1.47 mmol)를 상기 모(mother) 용액에 첨가하였다. 상기 반응 혼합액을 아르곤 분위기하에서 24 시간동안 실온에서 교반하였다. 반복된 분해(dissolution) 및 여과의 결과로서 생성된 요소(urea)의 대부분을 제거하였다. 그리고 나서, 상기 여과된 메틸렌 클로라이드 용액을 격렬한 교반 하에서 메탄올에 방울방울 첨가하였다. 상기 침전물을 수집하고 그 결과로 생성된 산물을 실리카 겔 컬럼 크로마토그래피(전개액(eluent): 에틸아세테이트: 클로로포름 = 1:40)로 정제하여 0.15 g(43%)의 붉은색 고형물을 얻었다.

[0159] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ(ppm) 1.21~1.28 (m, 2H), 1.30~1.37 (m, 2H), 1.45~1.51 (m, 2H), 1.58~1.62 (m, 2H), 1.64~1.68 (m, 2H), 1.80~1.86 (m, 2H), 3.84~3.89 (m, 2H), 4.06~4.10 (m, 2H), 4.11~4.14 (m, 2H), 4.15~4.19 (m, 2H), 4.21~4.26 (m, 2H), 4.27~4.31 (m, 2H), 6.21 (d, *J* = 8.1 Hz, 2H), 6.56 (d, *J* = 8.1 Hz, 1H), 6.72 (t, *J* = 7.8 Hz, 1H), 6.85~6.91 (m, 2H), 7.07~7.11 (m, 3H), 7.18~7.23 (m, 2H), 7.22~7.27 (m, 6H), 7.28~7.32 (m, 6H), 7.41~7.46 (m, 6H), 7.59~7.63 (m, 2H), 7.79 (d, *J* = 8.1 Hz, 1H), 7.85 (d, *J* = 8.4 Hz, 1H), 7.93 (d, *J* = 8.1 Hz, 1H), 8.04 (s, 1H), 8.12~8.16 (m, 6H), 8.45 (s, 1H).

[0160] ¹³C NMR (125 MHz, CDCl₃): δ(ppm) 180.92, 177.19, 169.93, 168.03, 166.92, 163.87, 163.75, 163.56, 160.27, 156.37, 152.98, 151.22, 147.70, 147.57, 147.20, 145.25, 144.89, 143.73, 140.53, 140.46, 139.47, 138.97, 138.87, 137.92, 136.69, 132.66, 129.03, 127.01, 126.69, 126.47, 126.35, 125.98, 125.88, 125.86, 124.38, 124.26, 123.22, 123.15, 123.13, 123.07, 122.99, 122.90, 122.28, 122.06, 120.73, 120.69, 120.67, 120.14, 119.21, 119.15, 119.11, 118.52, 118.10, 117.18, 108.74, 64.72, 64.65, 42.62, 42.58, 42.54, 26.40, 26.15, 26.00, 25.61, 25.55, 25.36.

- [0161] $C_{90}H_{69}IrN_6O_6S_3$ 대해 계산된 MALDI-TOF MS exact mass [M⁺] 1618.4070, 측정치 1618.2455.
- [0162] $C_{90}H_{69}IrN_6O_6S_3$ 대해 계산된 EA(CHN) 분석: C, 66.77; H, 4.30; N, 5.19; 측정치 C, 67.96; H, 4.25; N, 5.02.
- [0163] 실시예 2: 제2 세대 덴드리머 (화합물 16)
- [0164] 화합물 6(0.15 g, 0.157 mmol) 및 화합물 12(0.515 g, 0.628 mmol)를 50 ml CH_2Cl_2 에 용해시켰다. DPTS(0.14 g, 0.471 mmol) 및 0.23 g의 DCC(1.10 mmol)를 상기 모 용액에 첨가하였다. 상기 반응 혼합액을 아르곤 분위기 하에서 24시간 동안 실온에서 교반하였다. 반복된 분해 및 여과의 결과로서 요소의 대부분을 제거하였다. 그리고 나서, 상기 여과된 메틸렌 클로라이드 용액을 격렬하게 혼합시키며 메탄올에 방울방울 첨가하였다. 상기 침전물을 수집하고, 그 결과로 생성된 산물을 실리카 겔 컬럼 크로마토그래피(전개액(*eluent*): 에틸 아세테이트: 클로로포름 1:40)로 정제하여 0.3 g(57%)의 붉은색 고형물을 얻었다.
- [0165] 1H NMR (300 MHz, $CDCl_3$): δ (ppm) 1.76~1.80 (m, 18H), 2.02~2.08 (m, 18H), 3.91~3.95 (m, 18H), 4.27~4.31 (m, 18H), 4.98~5.02 (m, 6H), 6.28 (s, 2H), 6.34 (s, 2H), 6.41 (s, 2H), 6.61 (d, $J = 8.1$ Hz, 1H), 6.72 (t, $J = 7.8$ Hz, 1H), 6.79 (t, $J = 8.4$ Hz, 1H), 6.87 (t, $J = 8.1$ Hz, 1H), 7.05~7.09 (m, 2H), 7.15~7.17 (m, 1H), 7.28~7.30 (m, 18H), 7.38~7.41 (m, 18H), 7.46~7.49 (m, 18H), 7.63 (d, $J = 8.1$ Hz, 1H), 7.69 (d, $J = 8.4$ Hz, 1H), 7.75 (d, $J = 8.4$ Hz, 1H), 8.02 (d, $J = 8.4$ Hz, 1H), 8.04 (d, $J = 8.4$ Hz, 1H), 8.10 (s, 1H), 8.12~8.15 (m, 18H), 8.26 (s, 1H), 8.53 (s, 1H).
- [0166] ^{13}C NMR (125 MHz, $CDCl_3$): δ (ppm) 177.49, 169.97, 168.06, 166.78, 163.80, 163.54, 163.35, 156.64, 153.02, 152.87, 147.47, 147.33, 147.16, 145.18, 144.65, 143.78, 140.48, 140.47, 139.32, 138.71, 138.64, 138.04, 137.97, 137.84, 137.71, 132.63, 130.66, 130.57, 130.40, 128.74, 126.65, 126.36, 125.81, 125.79, 125.76, 125.73, 124.06, 123.19, 122.98, 122.95, 122.93, 122.75, 122.25, 121.79, 120.54, 120.49, 119.91, 119.03, 119.01, 118.95, 117.85, 117.09, 108.90, 108.80, 107.67, 107.05, 106.99, 72.90, 72.80, 68.78, 68.68, 67.31, 42.82, 42.67, 27.95, 27.25, 26.11, 26.00, 25.96.
- [0167] $C_{207}H_{177}IrN_{12}O_{15}S_3$ 대해 계산된 MALDI-TOF MS exact mass [M⁺] 3359.2248, 측정치 3361.1160.
- [0168] $C_{207}H_{177}IrN_{12}O_{15}S_3$ 대해 계산된 EA(CHN) 분석 C, 73.97; H, 5.31; N, 5.00 측정치 C, 74.56; H, 5.36; N, 4.97
- [0169] 실시예 3: 제3 세대 덴드리머 (화합물 17)
- [0170] 화합물 6(0.15 g, 0.157 mmol) 및 화합물 14(1.11 g, 0.628 mmol)를 50 ml CH_2Cl_2 에 용해시켰다. DPTS(0.14 g, 0.471 mmol) 및 0.23 g의 DCC(1.10 mmol)를 상기 모 용액에 첨가하였다. 상기 반응 혼합액을 아르곤 분위기 하에서 24시간 동안 실온에서 교반하였다. 반복된 침전 및 여과의 결과로 요소의 대부분을 제거하였다. 그리고 나서, 상기 여과된 용액을 격렬하게 혼합시키며 메탄올에 방울방울 첨가하였다. 상기 침전물을 수집하고, 그 결과로 생성된 산물을 실리카 겔 컬럼 크로마토그래피(전개액(*eluent*): 에틸 아세테이트: 클로로포름 1:40)로 정제하여 0.3 g(42%)의 붉은색 고형물을 얻었다.
- [0171] 1H NMR (300 MHz, $CDCl_3$): δ (ppm) 1.65~1.72 (m, 36H), 1.96~1.99 (m, 36H), 3.86~3.90 (m, 36H), 4.17~4.21 (m, 36H), 4.86~4.89 (m, 12H), 5.09~5.12 (m, 6H), 6.27 (t, $J = 7.8$ Hz, 2H), 6.34 (s, 1H), 6.48 (s, 1H), 6.55~6.57 (m, 5H), 6.72 (t, $J = 7.8$ Hz, 1H), 6.79 (t, $J = 8.4$ Hz, 1H), 6.87 (t, $J = 8.1$ Hz, 1H), 7.05~7.09 (m, 2H), 7.14~7.18 (m, 1H), 7.23~7.25 (m, 36H), 7.29~7.32 (m, 36H), 7.40~7.42 (m, 36H), 7.63 (d, $J = 8.1$ Hz, 1H), 7.69 (d, $J = 8.4$ Hz, 1H), 7.75 (d, $J = 8.4$ Hz, 1H), 8.02 (d, $J = 8.4$ Hz, 1H), 8.04 (d, $J = 8.1$ Hz, 1H), 8.10 (s, 1H), 8.11~8.13 (m, 36H), 8.27 (s, 1H), 8.57 (s, 1H).
- [0172] ^{13}C NMR (125 MHz, $CDCl_3$): δ (ppm) 178.21, 176.24, 170.23, 168.54, 167.67, 164.25, 164.15, 164.02, 160.21, 160.11, 156.37, 153.87, 153.09, 151.47, 147.54, 147.45, 147.03, 145.24, 144.67, 143.89, 143.57, 140.47, 140.41, 139.78, 139.67, 139.24, 138.98, 138.62, 137.75, 136.47, 132.54, 131.93.

129.04, 127.47, 126.96, 126.78, 126.54, 126.38, 125.75, 124.68, 124.57, 123.24, 123.14, 122.98, 122.95, 122.93, 122.24, 121.95, 121.70, 120.54, 120.49, 118.97, 118.93, 118.75, 108.91, 108.76, 108.02, 107.57, 107.02, 106.46, 72.87, 70.48, 68.77, 42.80, 42.57, 27.91, 27.15, 25.93.

[0173] $C_{393}H_{348}IrN_{21}O_{30}S_3$ 대해 계산된 EA(CHN) 분석 C, 76.96; H, 5.72; N, 4.80 측정치 C, 77.56; H, 5.75; N, 4.75.

[0174] 인광 텐드리머의 열적 분석

[0175] 질소 분위기 하에 주사열계량법(scanning calorimetry ; DSC) 및 열중량분석(thermogravimetric analysis ; TGA)을 사용하여 상기 실시예에서 제조한 인광 이리듐 텐드리머의 열적 특성을 조사하였다.

[0176] 도 1a는 DSC 열분석 곡선이고, 도 1b는 TGA 열분석 곡선이다. 도 1a에서 보듯이, 3가지 텐드리머는 290°C까지 어떠한 구분 가능한 용융 거동(melting behavior)을 나타내지 않았다. 카바졸계 텐드론(carbazolyl branch dendron)은 밀도가 증가함에 따라, 가소화(plasticization) 효과가 증가하기 때문에 유리전이 온도(glass transition temperature)가 감소되었다. 도 1b에서 보듯이 각 텐드리머는 310°C까지 어떠한 의미 있는 질량 손실을 나타내지 않았다. 첫 번째 분해의 시작 온도는 모든 경우에 315°C 이상이었다(표 1 참조). 모든 텐드리머는 좋은 열적 안정성을 나타내었다. 상기 결과로부터 카바졸계 텐드론의 이리듐 착체 코어에의 부착은 이리듐(III) 착체의 열적 안정성에 어떠한 해로운 효과를 유발하지 않았음을 알 수 있다.

[0177] 흡수 및 발광 스펙트럼 측정

[0178] 클로로포름내 각 텐드리머 용액(3 wt%)을 acrodisc 주사 여과기(Millipore 0.2 μm)를 통해 여과시키고, 이어서, 석영 유리 위에 스피ن-캐스트(spin-cast)시켰다. 그리고 나서, 상기 필름을 진공하에서 48시간동안 80°C에서 계속해서 건조시켰다.

[0179] 190-1100 nm 파장 범위에 걸쳐 UV-vis 분광측정기(HP 8453, PDA type)를 사용하여 필름 시료 및 클로로포름 용액(농도 1×10^{-5} mole/L)의 흡수 스펙트럼을 얻었다. itachi F-7000 FL 분광측정기를 사용하여 PL 스펙트럼을 기록하였다.

[0180] 도 2는 본 발명의 실시예에서 제조한 텐드리머의 $CHCl_3$ 용액 및 필름내 UV/Vis 흡수를 나타낸다. 클로로포름에서, 350 nm 이하의 흡수 밴드는 Ir 착체 및 카바졸로부터 $\pi-\pi^*$ 전이 시작에 기인된다. 상기 강도는 카바졸 단위의 수와 함께 증가한다. 이것은 명확하게 카바졸 텐드론의 안테나에 의해 흡수된 빛의 양이 한 세대에서 다음 세대로 2배 증가함을 나타낸다. 400 내지 570 nm의 낮은 에너지 영역에서, 숄더(shoulder)(대략 443 및 512 nm)를 갖는 약하고 넓은 흡수 밴드가 관찰되었고, 이것은 Ir(III) 착체의 금속-리간드 전하 이동(metal-to-ligand charge transfer ; MLCT) 전이에 기인한 것이라 할 수 있다. 텐드리머의 스펙트럼은 단지 400-570nm를 흡수하는 Ir-착체인 화합물 5와 텐드론으로 광흡수 안테나 역할을 하는 카바졸 형태의 화합물 10의 스펙트럼을 단순하게 합친 스펙트럼이고, 상기 스펙트럼은 카바졸 및 Ir 착체 사이의 어떠한 다른 신규의 상호작용 밴드는 나타나지 않음을 나타낸다. 그러므로, Ir 착체의 방출 특성은 컨쥬게이트되지 않은 묶임 때문에 영향을 받지 않는다는 것을 알 수 있다.

[0181] 여기된 카바졸계의 광-수집 안테나로부터 광 증감(sensitization)을 통해 중심 Ir(III) 이온으로 강한 집중된 발광을 얻는 것이 가능하다. 아울러, 카바졸 텐드론의 부위-고립 효과에 의하여, 휘도(luminance)를 증진시키는 것이 가능하다. 텐드리머의 용액이 카바졸 단위($\lambda_{ex} = 350$ nm)의 흡수 파장에서 여기 되었을 때, 이들은 본 발명에서 사용된 이리듐(III) 핵과 동일한 형태의 발광 스펙트럼과 이리듐(III) 핵과 거의 동일한 641-644 nm 주위에서 특징적인 인광 방출을 나타내었다. 이것은 텐드리머의 구조가 MLCT 에너지 수준에서 영향을 미치지 않았음을 나타내고, 이것은 유사한 여기 상태 및 에너지를 갖는 Ir(III) 착체로 부터의 발광을 암시한다. 컨쥬게이트되지 않은 알킬렌 스페이스(alkylene spacer)를 경유한 카바졸 텐드론의 Ir(III) 착체 코어 단위에서의 결박이 의미 있는 정도로 광학 성질에 영향을 미치지 않음은 이미 확인되었다. 그러므로, 상기 Ir(III) 착체 단위는 복수 카바졸 텐드론에 의해 높은 밀도로 둘러싸여짐으로써 광물리적 특성을 고립시킨다.

[0182] 도 3a는 클로로포름 용액 중에서의 실시예에서 제조한 인광 텐드리머의 PL 스펙트럼을 나타낸다. 도 3a에서 보

듯이, 세대의 수가 증가함에 따라 발광 강도는 감소된다는 것을 알 수 있다. 상기 실시예에서는 텐드리머 물질의 농도가 동일한 용액 시료를 제조하였다. 텐드리머의 농도가 동일할 경우 세대수가 작을수록 중심 물질인 Ir 착체의 농도(mass percent)가 높고, 세대수가 증가할수록 발광을 하는 Ir 착체의 농도가 낮아지므로 발광강도가 감소하게 된다. 실시예 3의 텐드리머는 카바졸계 텐드론의 높은 밀도 때문에 동일 농도의 텐드리머 용액의 경우 실시예 3의 용액이 더 적은 양의 Ir(III) 착체를 함유하고 있음을 나타낸다. 도 3b는 실시예에 따른 텐드리머의 필름상의 PL 스펙트럼을 나타낸다. 필름내 카바졸기에 해당하는 부분의 발광 피크는 실시예의 텐드리머 모두에서 부분적으로 소광(quenching)되고, 이것은 카바졸 단위로부터 코어의 Ir 착체에 상당히 효율적 에너지 전달을 나타낸다. (도 3b의 삽입부분 참조). 거의 동일한 필름 두께인 경우 실시예 3의 텐드리머는 상대적으로 가장 높은 PL 강도를 나타내고, 이것은 코어간의 상호작용을 감소시킬 수 있다. 이것은 카바졸기와 Ir(III) 중심 코어간의 보다 효율적 에너지 전달이 공간상의 기하학적 부담없이 일어날 수 있음을 나타낸다.

[0183] 도 3a 및 도 3b에 나타난 것처럼 실시예 1 내지 3의 이리듐 인광 텐드리머의 용액 및 필름 스펙트럼의 λ_{em} 이 거의 동일하였고, 이것은 Ir(III) 착체간의 분자간 상호작용이 매우 제한됨을 나타낸다.

[0184] 도 3a에서 볼 수 있듯이, 본 발명의 실시예에 따른 인광 텐드리머는 클로로포름 용액 중에서 641~643 nm에서 동시적 PL 방출을 나타내고 이들은 고체 상태에서도 용액상태와 같은 형태의 PL을 나타내는 것으로 보아 고체상태에서 Ir 착체들 사이에 에너지 전이가 일어나지 않는 것을 의미한다. 그러므로 카바졸계 텐드론이 Ir 착체를 효율적으로 고립시켜 PL 강도를 효율적으로 제어하는 것을 알 수 있다. 이는 본 발명의 실시예에 따른 인광 텐드리머가 다수의 동일한 텐드론이 각 리간드에 결합되어 호모레픽(homoleptic) 인광 텐드리머가 형성됨으로써, 잘 분포된 카바졸계 텐드론이 바람직하지 않은 발광을 회피하기 위한 부위-고립 효과를 증진시키기 때문이다.

[0185] 하기 표 1은 상기 실시예에서 제조한 이리듐 인광 텐드리머의 유리전이온도, 분해온도, 최대 흡수 파장 및 PL 스펙트럼에서의 최대파장을 나타낸다.

표 1

	T _g (°C)	T _d (°C)	흡수(absorption)		PL(photoluminescence)	
			용액 (λ_{max}/nm)	필름 (λ_{max}/nm)	용액 (λ_{max}/nm)	필름 (λ_{max}/nm)
실시예 1	105	360	444, 514	422, 510	641	644
실시예 2	78	365	444, 514	422, 510	643	643
실시예 3	72	370	444, 514	422, 510	644	641

[0187] 전계 발광 소자의 제조

[0188] 도 4a에 나타난 바와 같이, ITO/PEDOT:PSS(40nm)/텐드리머(55nm)/BCP(10nm)/Alq₃(40nm)/LiF(1nm)/Al(100nm) 구조를 갖는 전계 발광 소자를 제조하였다. 도전성(conducting) PEDOT:PSS 층은 아르곤 분위기내 ITO-코팅된 유리 위에 스핀 코팅(spin-coating)되었다. 그리고 나서, 텐드리머 발광층은 모노클로로벤젠 용액(농도: 5 wt %)을 사용하여 완전히 건조된 PEDOT 층위에 스핀 코팅되었다. 다음과 같은 순서로 5×10^{-8} Torr의 낮은 압력에서 열적 증발(thermal evaporation)에 의해 유기층을 증착시켰다: 정공방지층(hole-blocking layer ; HBL)으로 10nm-두께의 2,9-디메틸-4,7-디페닐 -1,10-페난트롤린 (BCP) 및 전자수송층(electron transport layer ; ETL)으로 40nm 두께의 tris-(8-hydroxyquinoline) aluminum(Alq₃). 최종적으로, LiF(1 nm)/Al(100 nm) 전극을 동일 조건하에 Alq₃ 층 위에 증착시켰다.

[0189] Keithley 2400 programmable source meter 및 SpectraScan PR650(Photo Research)를 사용하여 전계 발광 소자의 전류 밀도-전압-루미네선스(current density-voltage-luminescence ; *J-V-L*) 특성을 측정하였다. TENCOR P-10 surface profilometer를 사용하여 인광 텐드리머의 두께를 결정하였다.

[0190] 하기 표 2에는 상기 실시예에서 제조한 전계 발광 소자의 구동 전압, 최대 휘도, 발광 효율 및 외부양자 효율을 나타내었다.

표 2

[0191]

	구동 전압(Turn-On) (V)	최대 휘도 (cdm ⁻²)*	최대 전력 효율 (lmW ⁻¹)*	최대 발광 효율 (cdA ⁻¹)*	최대 외부 양자 효율 (η _{ext})*
실시예 1	5.0	561(383.427) 12 V	0.417(0.197) 5V	0.664(0.197) 5V	2.243(0.197) 58V
실시예 2	5.5	1302(321.326) 14V	0.953(0.169) 5.5V	1.669(0.169) 5.5V	5.552(0.169) 5.5V
실시예 3	6.5	422(94.412) 18V	0.819(0.412) 7.5V	1.955(0.412) 7.5V	6.115(0.412) 7.5V

[0192]

*: J에 해당함.

[0193]

도 4b에는 본 발명의 실시예에 따라 제조한 전계 발광 소자의 전압에 따른 전류 밀도를 도시하였다. 전계 발광 소자의 구동(turn-on) 전압(전기장)은 5.0-6.5 V 범위에 놓여 있다. 보다 높은 세대의 덴드리머는 약간 더 높은 구동 전압을 나타내고, 이것은 보다 큰 정도의 켈주게이트되지 않은 스페이서 및 그 부분을 갖는 보다 높은 유전체 성질 때문이다. 전류 밀도는 고정된 바이어스 전압이 실시예 1의 덴드리머를 포함하는 전계 발광 소자에서 가장 높았다. 이것은 정공 운반체의 이동도가 높다는 것을 의미한다.

[0194]

실시예 1의 전계발광 소자는 상대적으로 낮은 전류밀도에서 실시예 3의 전계발광소자보다 낮은 효율을 나타내었다. 상기 낮은 외부 양자 효율은 복수층을 갖는 장치의 좋은 정공 운반 성질, 그러나 낮은 전자 운반 능력에 기인할 수 있다.

[0195]

효율의 안정성의 측면에서, 실시예 3의 전계 발광 소자는 높은 전류밀도에서 모든 효율의 빠른 감쇠를 나타내었다. 이는 도 5에서 확인할 수 있다. 이것은 정공 및 전자 운반이 전자 이동도보다 정공 이동도의 가속화에 의해 불균형화 되어졌다고 추측할 수 있다.

[0196]

도 6a는 본 발명의 실시예에서 제조한 전계 발광 소자의 최대 발광 파장에서의 EL 스펙트럼을 나타낸다. 본 발명의 일 구현예에 따른 인광 덴드리머는 진한 적색광 방출을 나타내고, 동일한 여기 상태의 종(species)이 근적외선 부위에서 약간의 꼬리-유사의 솔더 발광을 제외하고는, 모든 PL 및 EL 발광을 담당한다. Al₃ 층으로부터 어떠한 미량의 발광도 EL 스펙트럼에서 관찰되지 않았다. 모든 정향(forward) 바이어스 전압에서, 652-656 nm에서 최대 EL 방출을 갖는 인광 덴드리머의 특징적 적색광 발광이 관찰되었다. 전압이 증가함에 따라서, 상기 발광은 주로 코어 발광 염료로부터 기원하였다. 전압 변화에 따라 덴드론 밀도는 EL 스펙트럼 및 CIE 좌표에 영향을 미치지 않았다.

[0197]

도 6b는 실시예에서 제조한 전계 발광 소자의 전류 밀도에 따른 색순도를 나타낸다. 도 6b에서, 안정성을 측정하기 위하여, 실시예에서 제조한 인광 덴드리머의 EL 스펙트럼을 CIE 1931 다이어그램에서 색좌표로 전환하였을 때 고포화된 진한 적색광 방출이 얻어졌다(x = 0.70, y = 0.30). 상기 방출은 적색에 대한 국립텔레비전 시스템위원회(National Television System Committee ; NTSC) 표준에 가깝다. 6 V 내지 18 V로 변화하였을 때, 상기 실시예의 EL 스펙트럼은 적용된 전압에 무관하였다. 또한, 상기 색도가 전류밀도의 증가와 동시에 적용된 전압의 증가시 안정되게 유지됨을 발견하였다.

[0198]

본 발명의 일 구현예에 따른 인광 덴드리머는 카바졸계 덴드론으로부터 Ir(III) 수용기 부분으로 에너지 전달 또는 엑시톤 이동이 효율적으로 일어나, 즉 카바졸계 함유 덴드론 및 코어 단위를 갖는 덴드리머의 분자 구조가 광 수집 덴드론으로부터 코어 단위로 빠른 에너지 전이가 이루어지므로, 이들 덴드리머로부터 바람직하지 않은 짧은 파장 방출을 억제하고 안정화된 방출을 유도하여, 인광 덴드리머를 포함하는 전계 발광 소자는 낮은 밴드갭(low-bandgap) 구조 물질, 즉, Ir(III) 적색광 발광 코어를 포함하는 성분으로부터만 발광이 발생함을 나타낸다. 따라서 본 발명의 일 구현예에 따른 인광 덴드리머를 사용하여 개선된 전계 발광 소자를 제조할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0199]

도 1a는 본 발명의 실시예에서 제조한 인광 덴드리머의 DSC 열분석 곡선(thermogram), 도 1b는 본 발명의 실시예에서 제조한 인광 덴드리머의 TGA 열분석 곡선이다.

[0200] 도 2a는 본 발명의 실시예에서 제조한 인광 텐드리머의 용액상 UV-Vis 흡수 스펙트럼이고, 도 2b는 본 발명의 실시예에서 제조한 인광 텐드리머의 필름상 UV-Vis 스펙트럼이다.

[0201] 도 3a는 본 발명의 실시예에서 제조한 인광 텐드리머의 용액상 PL 스펙트럼이고, 도 3b는 본 발명의 실시예에서 제조한 인광 텐드리머의 필름상 PL 스펙트럼이다.

[0202] 도 4a는 본 발명의 일 구현예에 따른 전계 발광 소자의 구조를 나타낸 도면이다.

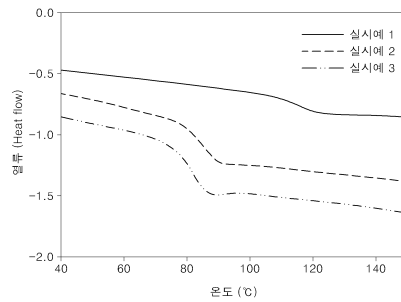
[0203] 도 4b는 본 발명의 실시예에 따른 전계 발광 소자의 인가 전압에 따른 전류 밀도 및 휘도를 나타낸 그래프이다.

[0204] 도 5a는 본 발명의 실시예에 따른 전계 발광 소자의 전류밀도에 따른 발광 효율을 나타낸 그래프이고, 도 5b는 본 발명의 실시예에 따른 전계 발광 소자의 전류밀도에 따른 외부 양자 효율(external quantum efficiency ; EQE, B)을 나타낸 그래프이다.

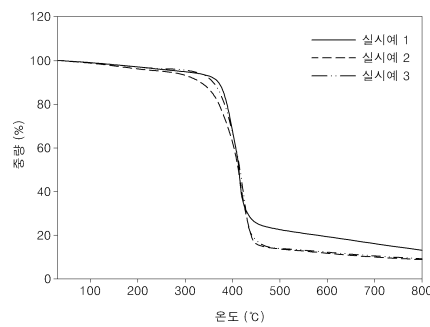
[0205] 도 6a는 본 발명의 실시예에 따른 전계 발광 소자의 최대 발광 과장에 따른 EL 스펙트럼이고, 도 6b는 본 발명의 실시예에 따른 전계 발광 소자의 전류 밀도에 따른 색도를 나타낸 그래프이다.

도면

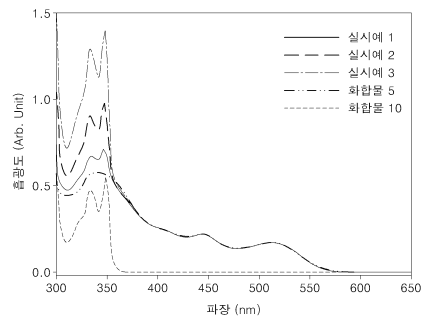
도면1a



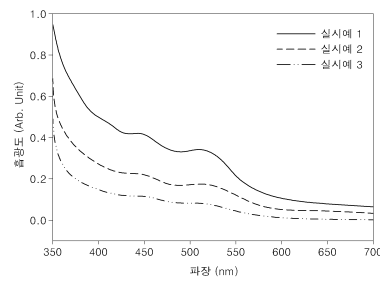
도면1b



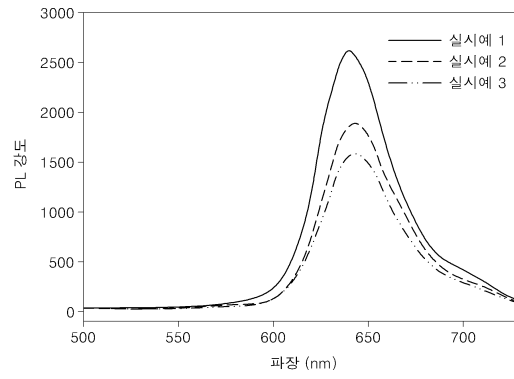
도면2a



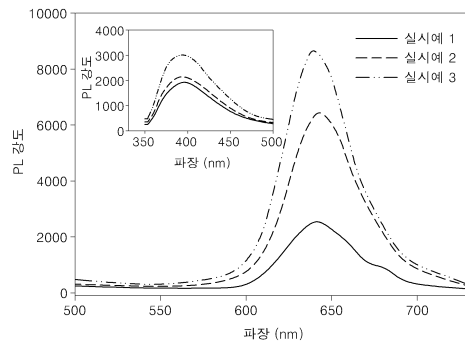
도면2b



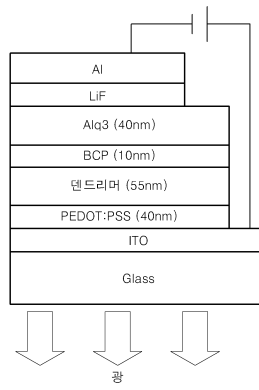
도면3a



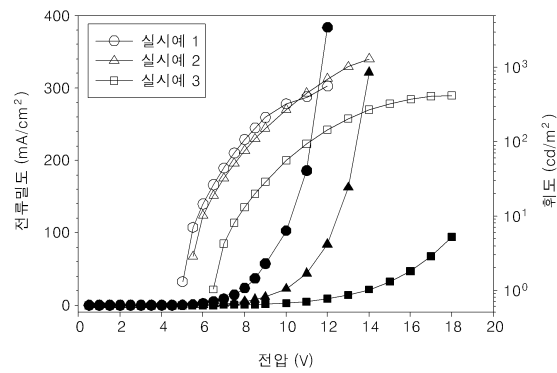
도면3b



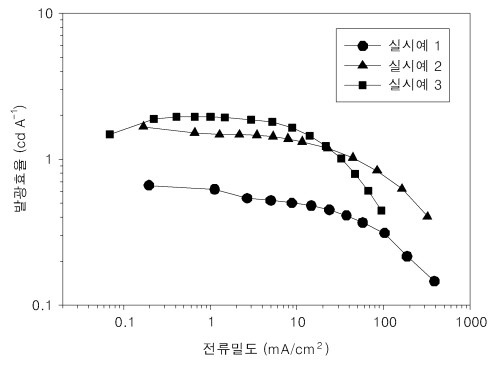
도면4a



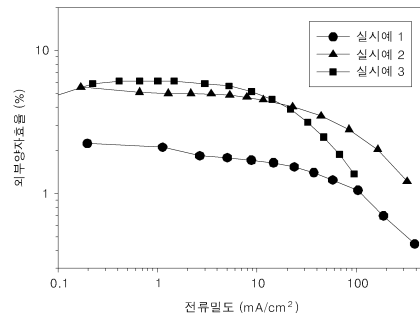
도면4b



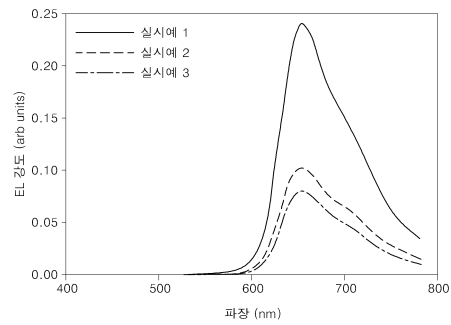
도면5a



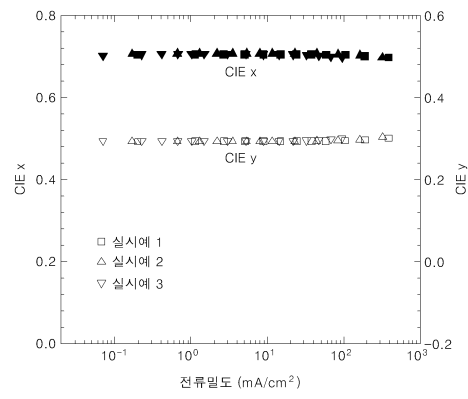
도면5b



도면6a



도면6b



专利名称(译)	铽磷光树枝状聚合物，其制造方法以及使用其的电致发光装置		
公开(公告)号	KR101624637B1	公开(公告)日	2016-05-27
申请号	KR1020090089651	申请日	2009-09-22
[标]申请(专利权)人(译)	首尔大学校产学协力团 三星电子株式会社		
申请(专利权)人(译)	首尔国立大学产学合作基金会 三星电子有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	首尔国立大学产学合作基金会 三星电子有限公司		
[标]发明人	CHOI DONG HOON 최동훈 CHO MIN JU 조민주 JUNG KYUNG MOON 정경문		
发明人	최동훈 조민주 정경문		
IPC分类号	C09K11/06 H01L51/54 C07F15/00		
CPC分类号	C09K11/06 C07D471/04 C07F15/00 C07F13/00 H05B33/14 H01L51/50 C07D307/78		
优先权	1020080098876 2008-10-08 KR		
其他公开文献	KR1020100039802A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

用途：提供铽磷光树枝状聚合物以确保成膜性能，并有效地用于电致发光器件。

