



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2014-0098497
(43) 공개일자 2014년08월08일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09K 11/06 (2006.01) C01G 55/00 (2006.01)
H01L 51/50 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2013-0011239
(22) 출원일자 2013년01월31일
심사청구일자 없음

(71) 출원인
경상대학교산학협력단
경상남도 진주시 진주대로 501 (가좌동)
(72) 발명자
김윤희
경상남도 진주시 내동로348번길 10 주공그린빌아파트 101-1103
권순기
경상남도 진주시 내동로348번길 10 주공그린빌아파트 101-1103
황재영
경상남도 진주시 호탄길21번길 3 송학빌딩 402호
(74) 대리인
김종관, 권오식, 박창희

전체 청구항 수 : 총 8 항

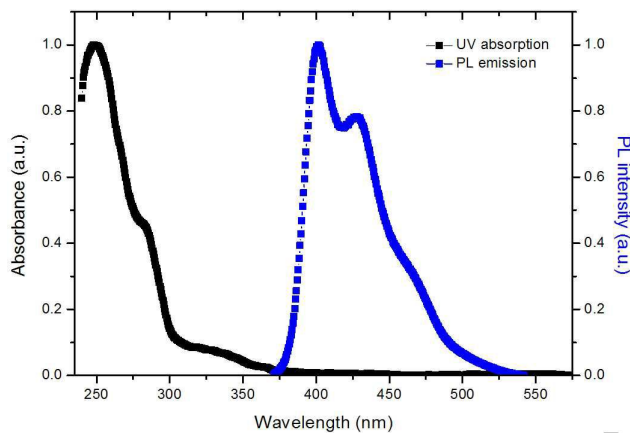
(54) 발명의 명칭 **신규한 불소화사이클로알켄을 포함하는 이리듐 착화물 및 이를 채용하고 있는 유기 전자 발광 소자**

(57) 요약

본 발명은 신규한 청색 인광 재료 및 이를 채용하고 있는 유기 전자 발광 소자에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 이리듐 착화합물의 주리간드에 전자당김체인 불소화사이클로알켄을 도입한 새로운 형태의 청색 인광 이리듐 착화합물 및 이를 채용하고 있는 유기 전자 발광 소자에 관한 것이다.

본 발명에 따른 청색 인광 이리듐 착화합물은 고색순도 구현과 고발광 효율을 갖는 유기 전기 발광 소자의 발광 물질로 유용하게 활용될 수 있으며, 진공증착용 및 용액공정용 청색 인광재료로 사용이 가능하다.

대표도 - 도3



이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 2012049647
부처명 교육과학기술부
연구사업명 나노·소재원천기술개발사업
연구과제명 비대칭 공액 구조를 갖는 유기 전자재료
기여율 1/1
주관기관 경상대학교
연구기간 2012.09.20 ~ 2021.09.19

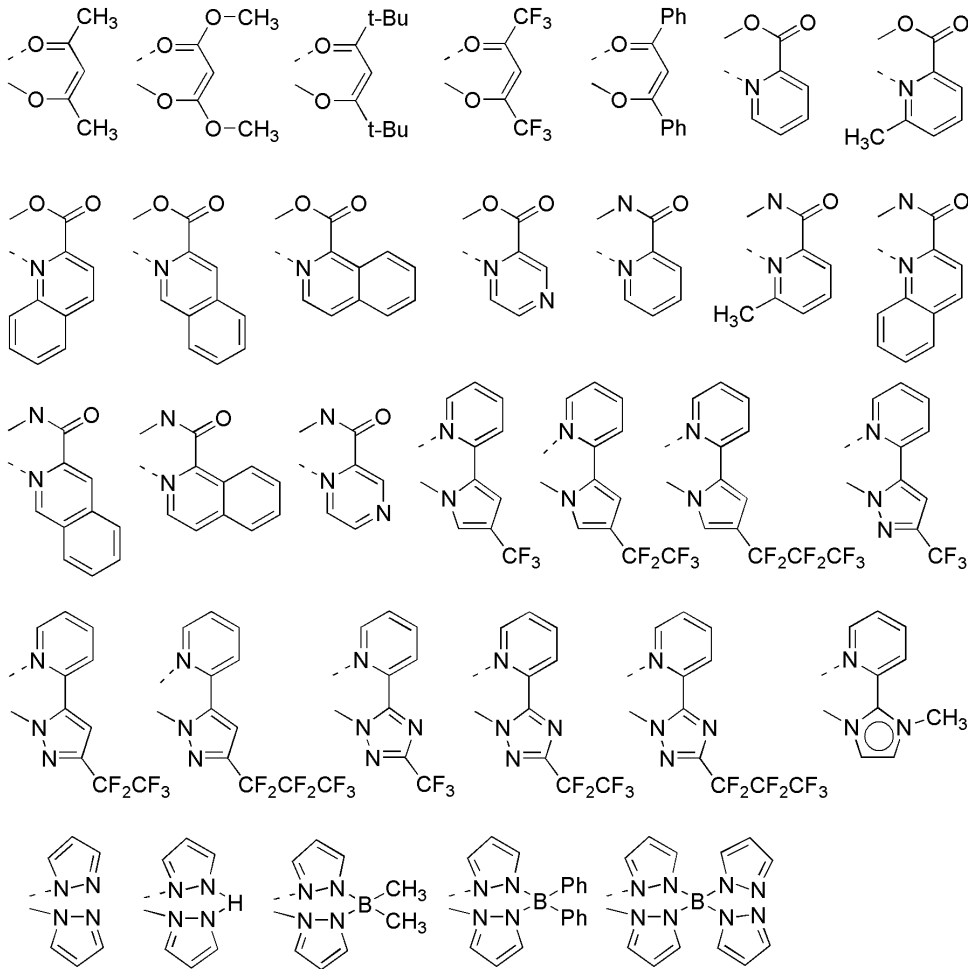
R₁₆ 및 R₁₇은 각각 독립적으로 C₁-C₆ 알킬 또는 C₆-C₁₂ 아릴이고;

A는 0 또는 N이다.

청구항 4

제 3항에 있어서,

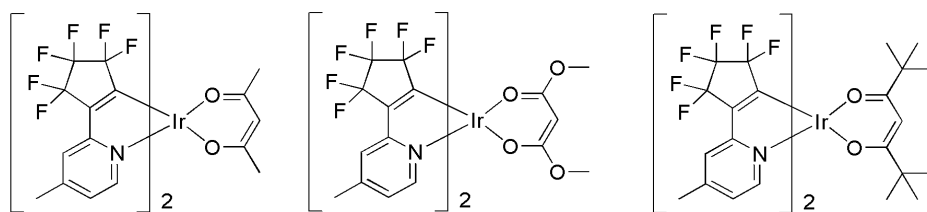
상기 L은 하기 구조로부터 선택되는 유기 리간드인 이리듐 발광 화합물.

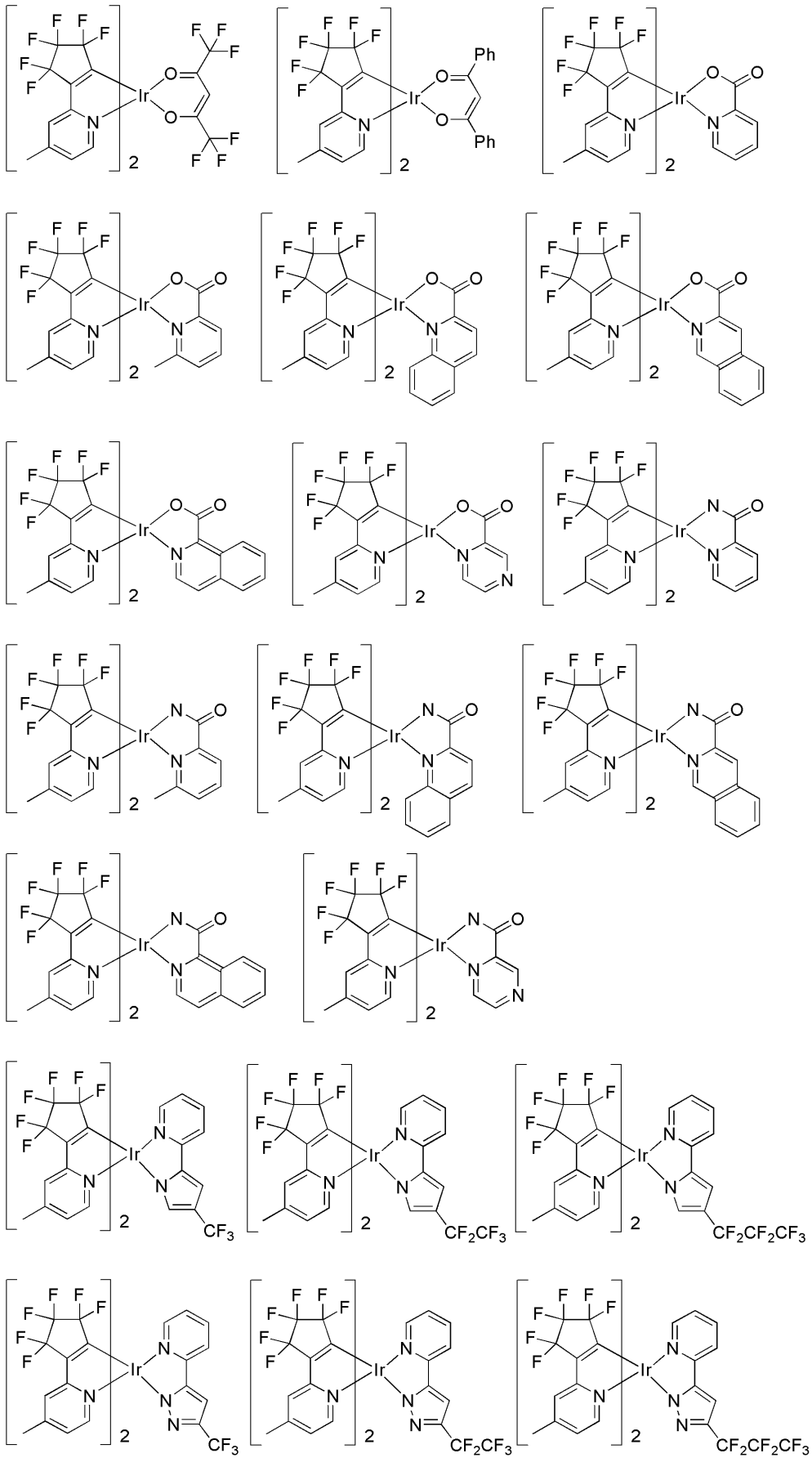


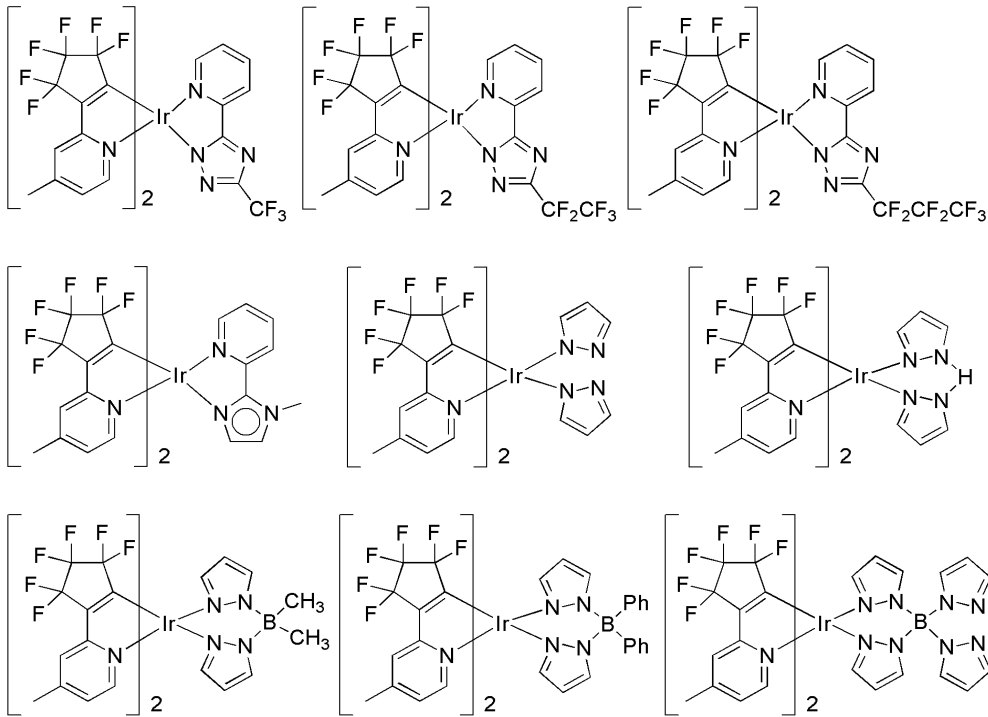
청구항 5

제 1항에 있어서,

하기 화합물로부터 선택되는 유기 리간드인 이리듐 발광 화합물.







청구항 6

제 1항 내지 제 5항에서 선택되는 어느 한 항에 따른 이리듐 착화합물을 발색재료로 채용하는 표시소자.

청구항 7

양극, 음극 및 양 전극 사이의 발광층을 포함하는 유기 전자 발광 소자에 있어서, 제 1항 내지 제 5항에서 선택되는 어느 한 항에 따른 이리듐 착화합물을 발광층에 포함하는 유기 전자 발광 소자.

청구항 8

제 7항에 있어서,

상기 이리듐 착화합물은 발광층의 호스트 물질로 사용되는 것인 유기 전자 발광 소자.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 신규한 청색 인광 재료 및 이를 채용하고 있는 유기 전자 발광 소자에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 이리듐 착화합물의 주리간드에 전자당김체인 불소화사이클로알켄을 도입한 새로운 형태의 청색 인광 이리듐 착화합물 및 이를 채용하고 있는 유기 전자 발광 소자에 관한 것이다.

[0002] 본 발명에 따른 청색 인광 이리듐 착화합물은 고색순도 구현과 고발광 효율을 갖는 유기 전기 발광 소자의 발광 물질로 유용하게 활용될 수 있으며, 진공증착용 및 용액공정용 청색 인광재료로 사용이 가능하다.

배경기술

[0003] 요즘 IT 분야의 발전이 크고 빠르게 이루어지면서 디스플레이 분야는 그에 맞춰 정보를 표현해내는 능력의 고도화가 필요하게 되었고 이에 디스플레이 분야도 함께 성장하게 되었다. 최근까지 TV나 노트북, 휴대폰의 표시 창

으로 주로 쓰여 왔던 액정(Liquid Crystal Display, LCD)의 경우에는 뒤에서 빛을 비추어 주는 백라이트 방식이므로 두꺼울 뿐만 아니라 낮은 색순도와 발광효율, 좁은 시야각 때문에 옆에서 보면 보이지 않는다는 점, 느린 반응속도로 인해 잔상이 남는 점 등의 많은 단점을 갖고 있었다. 이에 대한 해결책으로 많은 기업들은 유기 발광 소자(Organic Light-Emitting Diode, OLED)에 대한 연구를 활발히 진행하였다. OLED는 자체 발광형으로 백라이트가 필요하지 않을 뿐만 아니라, 반응속도도 LCD에 비해 빠르고 낮은 직류 구동전압, 넓은 시야각, 경량박형, Flexible display 제작 가능성 등 거의 모든 면에 있어서 LCD보다 우수하여 차세대 디스플레이로 관심을 받아왔으며 최근엔 기술을 적용한 제품이 출시되면서 디스플레이 핵심기술로 인정받고 있다. 그러나 아직 효율과 색순도의 문제점이 남아 있어 OLED의 보다 쉬운 실용화를 위해 청색 유기 발광 재료 개발이 시급하다.

[0004] 유기 EL 소자의 구조는 일반적으로 양극(anode), 정공 주입층(hole injection layer, HIL), 정공 수송층(hole transfer layer, HTL), 발광층(emission layer, EML), 전자 수송층(electron transfer layer, ETL), 전자 주입층(electron injection layer, EIL), 그리고 음극(cathode)으로 구분할 수 있으며 이러한 박막 층들은 고 진공($10^{-6} \sim 10^{-7}$ Torr)상태에서 가열 증착(thermal evaporation)에 의하여 형성된다. 발광 메커니즘은 먼저 양극에서 정공이, 음극에서 전자가 주입되고, 이들이 발광층에서 만나 불안정한 여기자(exciton)을 형성한다. 이 불안정한 여기자가 다시 안정해지면서 에너지를 내놓는데, 이 에너지는 빛 에너지로 방출된다. 이러한 원리에 의해 OLED가 구동되므로 발광재료도 중요하지만, 전자와 정공이 발광층에서 만나야 하는 것 또한 필수적이므로 전자 및 정공을 주입, 전달하는 역할도 중요하다.

[0005] OLED에서 방출되는 빛의 색깔을 결정하는 것은 발광재료의 HOMO-LUMO 사이의 에너지 준위 차이에 의해 결정되는 것으로 에너지 차이가 커지면 단파장의 빛, 에너지 차이가 작아지면 장파장의 빛을 방출하게 된다. HOMO-LUMO 사이 에너지 간격은 분자의 콘주게이션(conjugation) 길이를 변화시켜서 조절할 수 있음을 LCAO(Linear Combination of Atomic Orbital, 원자궤도함수 선형조합) 방식을 사용하여 보일 수 있다. 결국 콘주게이션(conjugation)이 길어지면 밴드갭(Band Gap)의 크기는 작아지고, 그에 해당하는 파장의 길이는 길어진다. OLED가 자연의 모든 색을 표시하기 위해서는 빛의 삼원색인 빨강색, 녹색, 파랑색이 필요하다. 그런데 현재 OLED의 실용화를 위해 고효율의 청색 발광의 개발이 가장 문제가 되고 있는데 이는 다른 재료에 비해 청색 발광물질이 낮은 색순도 및 수명으로 인해 전체 디바이스의 성능을 저하시키는 문제점이 있다.

[0006] 한편, 1987년 이스트만 코닥(Eastman Kodak)사에서는 발광층 형성용 재료로서 저분자인 방향족 디아민과 알루미늄 착체를 이용하고 있는 유기 전자발광소자를 개발하였으며(Appl. Phys. Lett. 51, 913, 1987), 발광층 형성용 재료로서 폴리(p-페닐렌비닐렌)(PPV), 폴리(2-메톡시-5-(2'-에틸헥실옥시)-1,4-페닐렌비닐렌) 등과 같은 고분자를 사용하고 있는 유기 전자발광소자가 발표되었다(Nature, 347, 539, 1990 & Appl. Phys. Lett. 58, 1982, 1991). 2000년 프린스턴 대학은 발광층 형성용 재료로서 Ir을 포함하는 전기인광소자를 개발하였다(Nature, 403, 750, 2000).

[0007] 그러나 이리듬계 발광 화합물의 경우 청색발광은 색순도와 효율 측면에서 많은 문제점을 가지고 있다. 일반적으로 페닐 피리딘 배위자를 갖는 이리듬 복합체의 발광색은 페닐기에 전자밀도가 적을수록 피리딘기에 전자밀도가 많을수록 청색으로 이동한다. 그러나 전자밀도를 적게 하는 전자당김체는 F, CF₃, CN 등을 제외하고는 대부분이 공액을 확장시켜 청색으로 이동하지 못하고 오히려 적색이동을 나타낸다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0008] (특허문헌 0001) 한국공개특허 10-2009-0010865 (2009.01.30.)
 (특허문헌 0002) 한국공개특허 10-2011-0125932 (2011.11.22.)
 (특허문헌 0003) 한국공개특허 10-2009-0052095 (2009.05.25.)

비특허문헌

- [0009] (비특허문헌 0001) Appl. Phys. Lett. 51, 913, 1987
 (비특허문헌 0002) Nature, 347, 539, 1990

(비특허문헌 0003) Appl. Phys. Lett. 58, 1982, 1991

(비특허문헌 0004) Nature, 403, 750, 2000

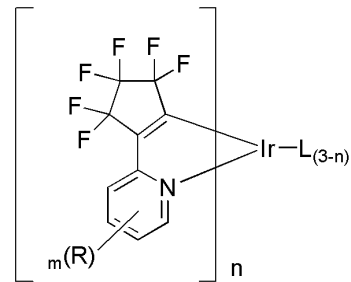
발명의 내용

해결하려는 과제

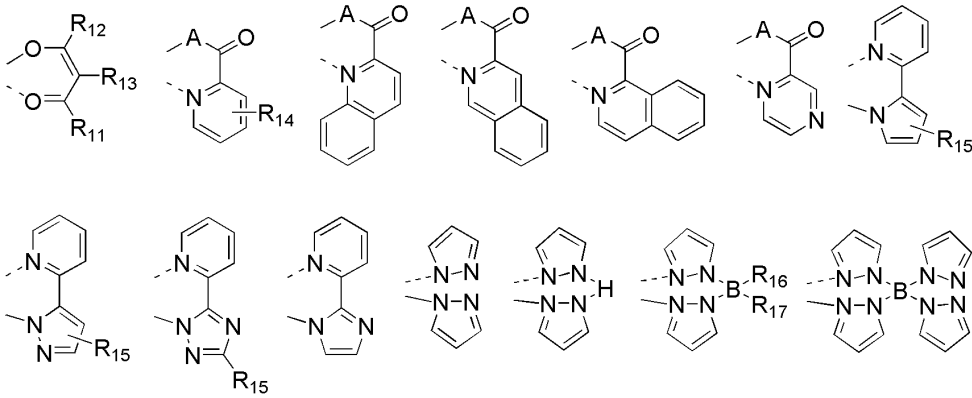
- [0010] 본 발명의 목적은 이리듐 착화합물의 주리간드에 전자당김체인 불소화사이클로알켄을 도입하여 승화정제가 용이하고, 고색순도 및 높은 효율을 갖는 새로운 형태의 청색 인광 이리듐 착화합물을 제공하는 것이다.
- [0011] 본 발명의 다른 목적은 상기 청색 인광 이리듐 착화합물을 발색재료로 채용하는 표시소자를 제공하는 것이다.
- [0012] 본 발명의 또 다른 목적은 상기 청색 인광 이리듐 착화합물을 발광층에 포함하는 유기 전자 발광 소자를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0013] 본 발명은 신규한 청색 인광 재료 및 이를 채용하고 있는 유기 전자 발광 소자에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 이리듐 착화합물의 주리간드에 전자당김체인 불소화사이클로알켄을 도입한 새로운 형태의 하기 화학식 1로 표시되는 청색 인광 이리듐 착화합물 및 이를 채용하고 있는 유기 전자 발광 소자에 관한 것이다.
- [0014] [화학식 1]



- [0015] 상기 화학식 1에서,
- [0016] R은 C₁-C₆ 알킬, C₆-C₁₂ 아릴, C₆-C₁₂ 아릴옥시, 다이 C₁-C₆ 알킬아미노 및 SiR₁R₂R₃에서 선택되며, R₁ 내지 R₃는 각각 독립적으로 C₁-C₆ 알킬 또는 C₆-C₁₂ 아릴이고, m은 1 내지 4의 정수이며, L은 유기 리간드이고, n은 1 내지 3의 정수이다.
- [0017] 상기 화학식 1에서, R은 메틸, 에틸, 프로필, 부틸, 펜틸, 헥실, 페닐, 나프틸, 바이페닐, 페녹시, 다이메틸아미노, 메틸에틸아미노, 다이에틸아미노, 트라이메틸실릴, 트라이페닐실릴 또는 다이메틸페닐실릴일 수 있다.
- [0018] 상기 화학식 1에서, L은 하기 구조로부터 선택되는 유기 리간드로 예시될 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다:



[0020]

[0021]

상기 R₁₁ 내지 R₁₄은 각각 독립적으로 수소, C₁-C₆ 알킬, 할로 C₁-C₆ 알킬, C₁-C₆ 알콕시 또는 C₆-C₁₂ 아릴이고;

[0022]

R₁₅는 C_aF_{2a+1}이고;

[0023]

a는 1 내지 10의 정수이고;

[0024]

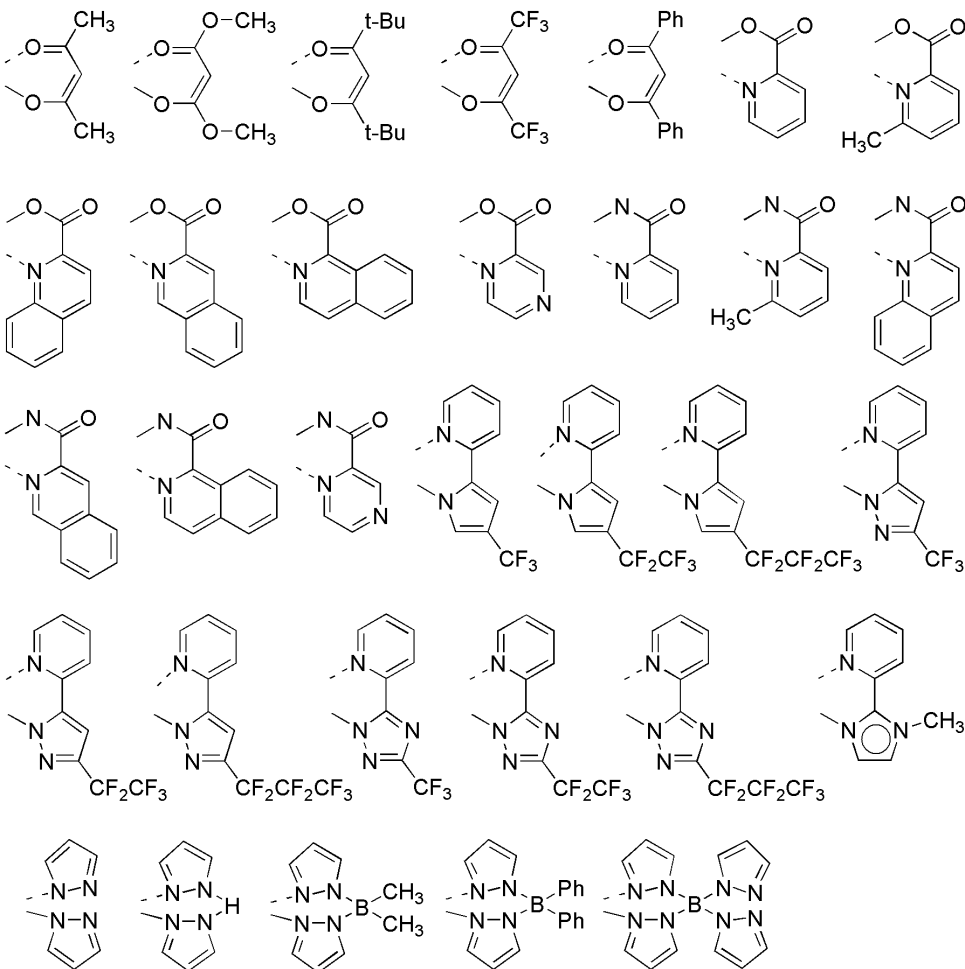
R₁₆ 및 R₁₇은 각각 독립적으로 C₁-C₆ 알킬 또는 C₆-C₁₂ 아릴이고;

[0025]

A는 0 또는 N이다.

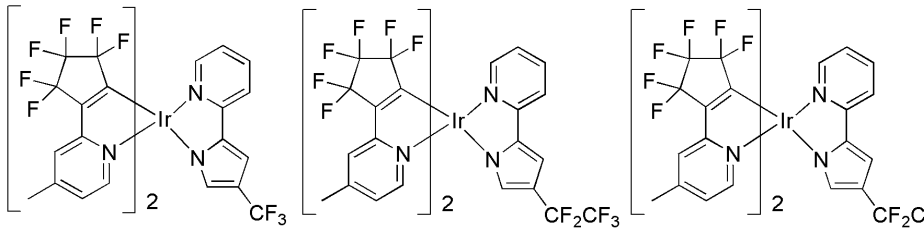
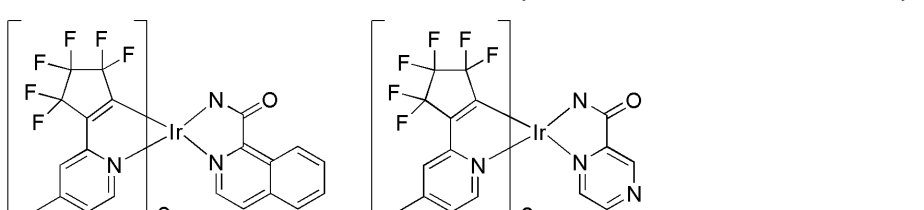
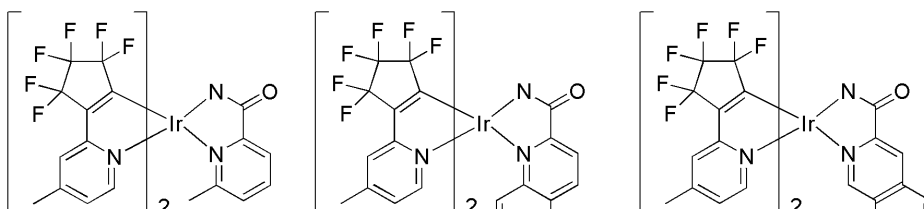
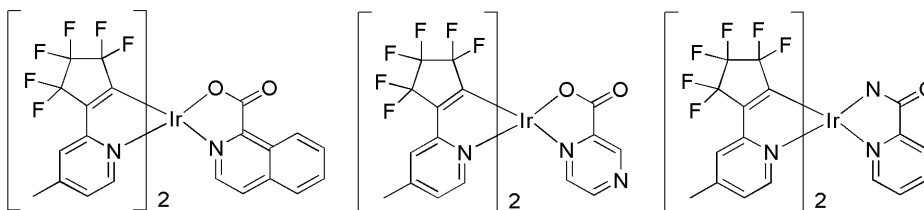
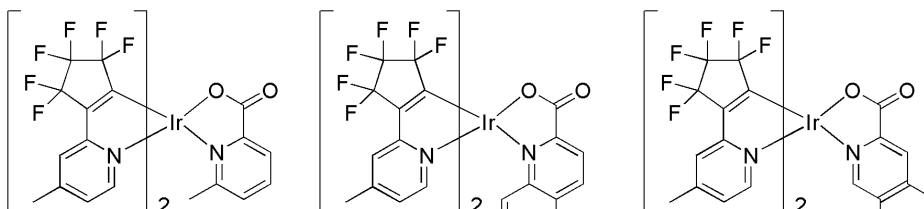
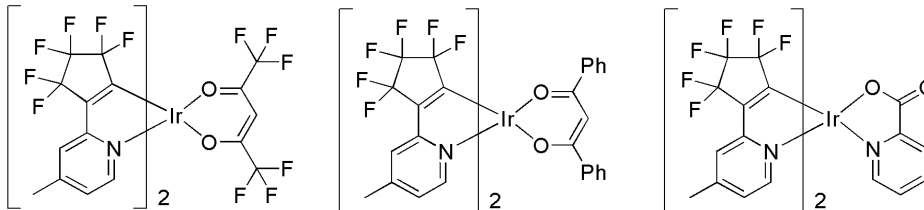
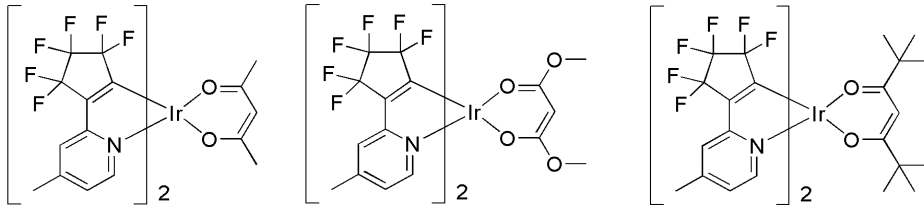
[0026]

바람직하게는 상기 화학식 1에서 L은 하기 구조로부터 선택될 수 있다:

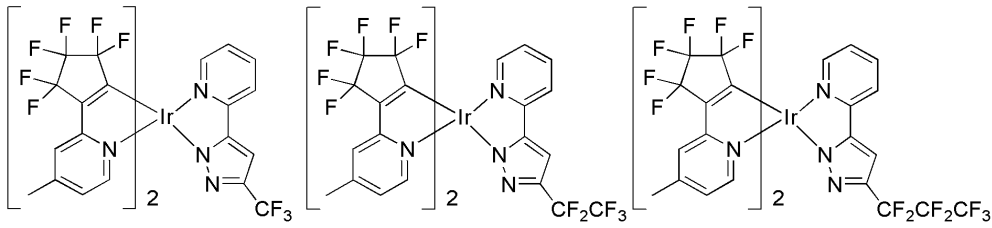


[0027]

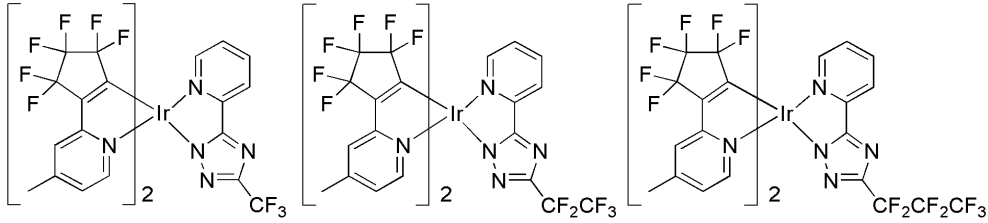
[0028] 구체적으로 본 발명에 따른 화학식 1의 이리듐 발광 화합물은 하기 화합물로 나타낼 수 있으나 이에 한정되는 것은 아니다:



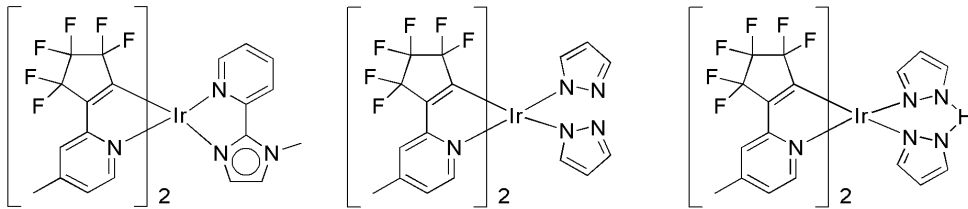
[0035]



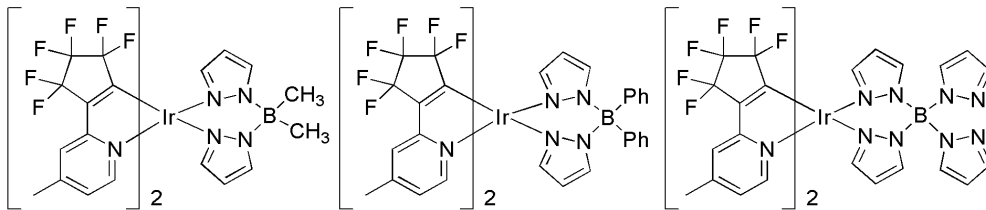
[0036]



[0037]



[0038]



[0039]

또한, 본 발명은 상기 화학식 1의 이리듐 발광 화합물을 발색재료로 채용하는 표시소자에 관한 것이다.

[0040]

또한, 본 발명은 양극, 음극 및 양 전극 사이의 발광층을 포함하는 유기 전자 발광 소자에 있어서, 상기 화학식 1의 이리듐 발광 화합물을 발광층에 포함하는 유기 전자 발광 소자에 관한 것으로, 상기 이리듐 발광 화합물은 발광층의 호스트 물질로 사용된다.

[0041]

본 발명에 따른 화학식 1의 이리듐 발광 화합물은 자체 또는 청색 호스트와 함께 사용되면 청색 발광재료로서 발광 효율이 우수하며, 표시소자의 발색재료로서 유용하다.

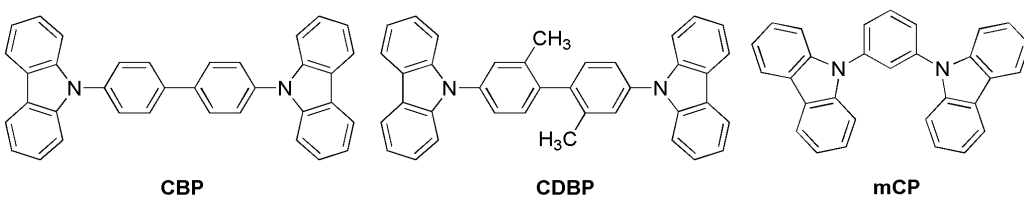
[0042]

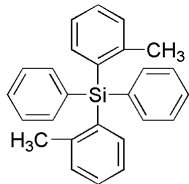
본 발명에 따른 청색 인광 이리듐 착화합물은 종래 이리듐 유기착화합물의 승화정제상의 문제점, 색 순도, 발광효율의 문제를 해결하기 위하여, 이리듐 착화합물의 주리간드에 전자당김체인 불소화사이클로알켄을 도입시켰기 때문에 고색순도 구현과 고발광 효율을 갖는 유기 전기 발광 소자의 발광물질로 유용하게 활용될 수 있으며, 진공증착용 및 용액공정용 청색 인광재료로 사용이 가능하다.

[0043]

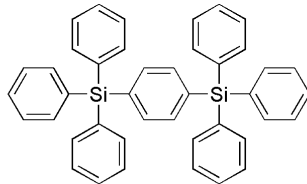
본 발명에 따른 화학식 1의 이리듐 발광 화합물은 청색 호스트와 함께 사용되어 청색 발광 재료로 이용가능하다. 여기에서 청색 호스트로는 특별히 제한되지는 않으며, 구체적인 예로는 하기 구조식에서 선택될 수 있으나 이에 국한하지는 않는다.

[0044]

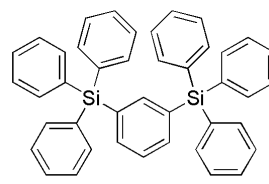




UGH1

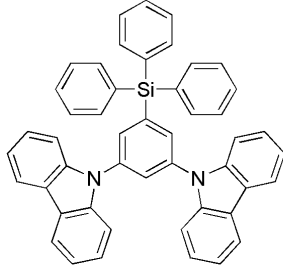


UGH2

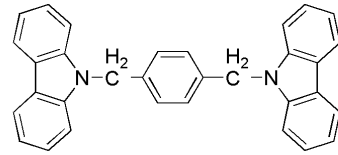


UGH3

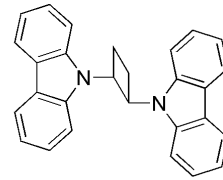
[0045]



SimCP

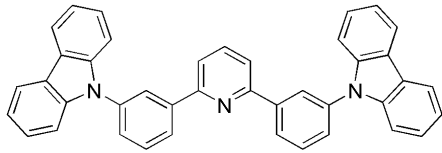


DCB

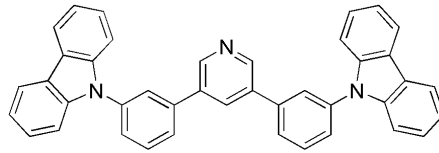


DCz

[0046]



26DCzPPy



35DCzPPy

[0047]

[0048] 이하, 본 발명에 따른 유기 전자발광소자의 제조방법을 살펴보기로 한다.

[0049] 먼저, 기판 상부에 애노드 전극용 물질을 코팅한다. 여기에서 기판으로는 통상적인 유기 EL 소자에서 사용되는 기판을 사용하는데, 투명성, 표면평활성, 취급용이성 및 방수성이 우수한 유리기판 또는 투명 플라스틱 기판이 바람직하다. 그리고 애노드 전극용 물질 으로는 투명하고 전도성이 우수한 산화인듐주석(ITO), 산화주석(SnO₂), 산화아연(ZnO), 산화인듐아연 (IZO), 산화안티몬주석 (ATO)등을 사용한다.

[0050] 상기 애노드 전극 상부에 홀수송층 형성용 물질을 진공증착 또는 스핀 코팅하여 홀수송층을 형성한다. 이 홀수송층 상부에 화학식 1의 이리듐 발광 화합물을 진공증착 하여 발광층을 형성한다.

[0051] 상기 홀수송층 물질은 특별히 제한되지는 않으며, N,N'-비스(3-메틸페닐)-N,N'-디페닐-[1,1'-비페닐]-4,4'-디아민(TPD), N,N'-디(나프탈렌-1-일)-N,N'-디페닐-벤지딘(α-NPD), 9,9-비스[4-(N,N-비스(바이페닐-4-일-아미노)페닐)-9H-플루오렌(BPAPF), N, N'-비스(페난스렌-9-일)-N,N'-비스(페닐)-벤지딘(PAPB), 디-[4-(N,N-디톨일-아미노)-페닐]사이클로hex산(TAPC), N,N,N',N'-테트라-나프탈렌일-벤지딘(α-TNB) 등이 사용된다.

[0052] 상기 발광층 상부에 캐소드 형성용 금속을 진공 증착하여 캐소드를 형성함으로써 유기 EL 소자가 완성된다. 여기에서 캐소드 형성용 금속으로는 리튬(Li), 마그네슘(Mg), 알루미늄(Al), 알루미늄-리튬(Al-Li), 칼슘-알루미늄(Ca-Al), 리튬플루라이드-알루미늄(LiF-Al), 마그네슘-인듐(Mg-In), 마그네슘-은(Mg-Ag), 바륨-알루미늄(Ba-Al), 골드(Au), 은(Ag), 구리(Cu) 등이 이용된다.

[0053] 상기 발광층 상부에는 캐소드를 형성하기 이전에 정공 장벽층 및 또는 전자 수송층을 형성하기도 한다. 이 정공 장벽층 및 전자수송층은 통상적인 정공 장벽층 전자수송층 형성용 물질을 사용한다.

[0054] 본 발명의 유기 전자발광 소자는 애노드, 홀수송층, 발광층, 전자수송층 및 캐소드 중에서 선택된 2개의 층 사이에 특성 향상을 위한 중간층을 더 형성하는 것이 가능하다. 예를 들어, 애노드와 홀수송층 사이에 홀주입층(hole injection layer: HIL)을 더 형성할 수 있는데, 이와 같이 홀주입층을 형성하면 홀수송층(예: α-NPD)과 애노드(ITO)간의 접착력을 향상시키는 동시에 애노드로부터 홀수송층으로 홀이 주입되는 것을 도와주게 된다.

[0055] 상기 홀주입층 형성물질은 특별히 제한되지 않으나, CuPc, m-MTDATA, 1I-TNATA, 2T-NATA, NATA, NTNPB, NPNPB, MeO-TPD 등이 사용된다.

[0056] 유기 전자발광소자는 상술한 바와 같은 순서 즉, 애노드/홀수송층/발광층/정공 장벽층/전자수송층/캐소드 순으로 제조하여도 되고, 그 반대의 순서 즉, 캐소드/전자수송층/정공 장벽층/발광층/홀수송층/애노드 순으로도 제조하여도 무방하다.

발명의 효과

[0057] 본 발명은 이리듐 발광 화합물 및 이를 발색 재료로서 채용하고 있는 유기 전자발광 소자를 제공하며 본 발명에 따른 유기 전자발광 소자는 색순도와 발광 효율 특성이 현저히 개선되며, 이를 발색 재료로서 채용하는 표시소자에 유용하게 이용할 수 있다.

[0058] 즉, 본 발명에 따른 청색 인광 이리듐 착화합물은 종래 이리듐 유기착화물의 승화정제상의 문제점, 색 순도, 발광효율의 문제를 해결하기 위하여, 이리듐 착화합물의 주리간드에 전자당김체인 불소화사이클로알켄을 도입시켰기 때문에 고색순도 구현과 고발광 효율을 갖는 유기 전기 발광 소자의 발광물질로 유용하게 활용될 수 있으며, 진공증착용 및 용액공정용 청색 인광재료로 사용이 가능하다.

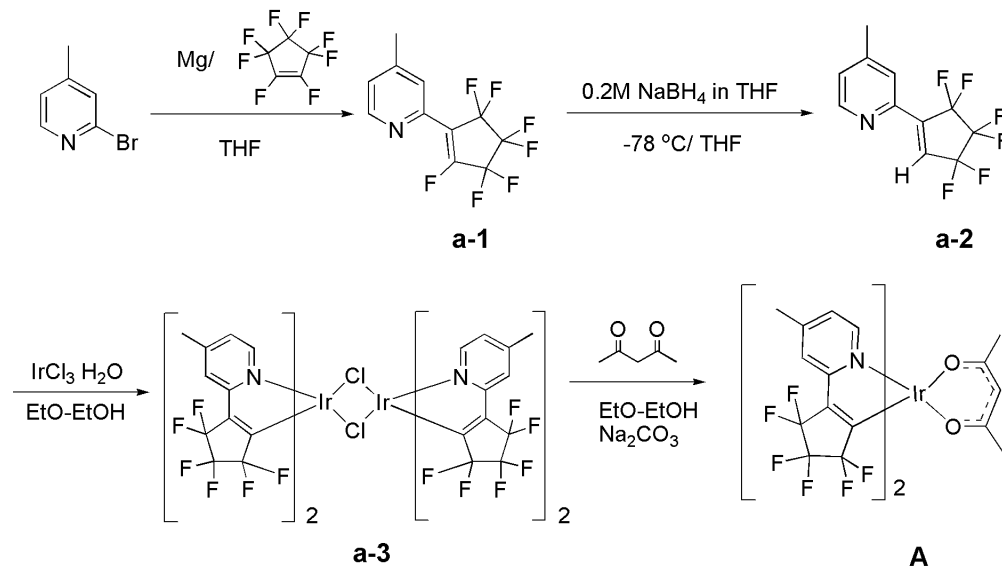
도면의 간단한 설명

- [0059] 도 1 - 실시예 1에서 제조된 이리듐 착화합물 A의 열중량분석 (TGA)
- 도 2 - 실시예 1에서 제조된 이리듐 착화합물 A의 시차열량분석 (DSC)
- 도 3 - 실시예 1에서 제조된 이리듐 착화합물 A의 액체상태의 UV 흡수 및 PL 스펙트럼
- 도 4 - 실시예 1에서 제조된 이리듐 착화합물 A의 순환식 전압전류법 (Cyclic Voltammetry) 곡선
- 도 5 - 실시예 1에서 제조된 이리듐 착화합물 A의 액체상태의 PL 스펙트럼과 색좌표

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0060] 본 발명은 하기의 실시예에 의하여 보다 명확히 이해될 수 있으며, 하기의 실시예는 본 발명의 예시 목적에 불과하며 발명의 영역을 제한하고자 하는 것은 아니다.

[0061] [실시예 1] 이리듐 착화합물 A의 제조



[0062]

[0063] **화합물 a-1의 제조**

[0064] 250 mL 3구 플라스크에 Mg (0.85 g, 34.9 mmol), 2-브로모-4-메틸피리딘 (6 g, 34.9 mmol)과 정제된 THF (100 mL)를 넣고 상온에서 1시간 동안 교반하였다. 정제된 50 mL의 THF가 든 500 mL 3구 플라스크에 퍼플루오로사이클로펜텐 (7.4 g, 34.9 mmol)과 Ni(dppp)Cl₂ (0.32 g, 0.6 mmol)를 넣고 서서히 교반시켰다. 얼음 베스(Ice-

bath)를 설치하고, 0℃에서 만들어진 그린냐드(Grignard) 시약을 서서히 적가한 후 18 시간 동안 교반시켰다. 반응을 종료한 후 Et₂O (200 mL)로 추출하고 물 (100 mL x 3)로 씻어 주었다. 유기 용액을 MgSO₄로 수분을 제거한 후 회전식 증발기로 용매를 제거하였다. 컬럼 크로마토그래피 (n-hexane/ ethyl acetate; 3/1 v/v)로 분리하여 화합물 **a-1**을 얻었다(수율: 1.95g (20%)).

[0065] ¹H NMR (300 MHz, DMSO-d₆) δ 8.53 (d, 1H), 8.24 (s, 1H), 7.29 (d, 1H), 2.42 (s, 3H).

[0066] **화합물 a-2의 제조**

[0067] 100 mL 3구 플라스크에 화합물 **a-1** (1.95 g, 6.83 mmol)과 정제된 THF (30 mL)를 넣고, -78℃로 온도를 내린 후 20 분 동안 교반시켰다. 여기에 0.2M NaBH₄ (17.1 mL, 3.42 mmol)를 천천히 가한 후 -78℃에서 3시간 동안 교반한 후 반응 온도를 0℃까지 올린 후 증류수 (50 mL)를 가하여 반응을 종결시켰다. 에틸아세테이트 (200 mL)로 추출한 후 물 (100 mL)로 씻어 주었다. 유기 용액을 MgSO₄로 수분을 제거한 후 회전식 증발기로 용매를 제거하였다. 컬럼 크로마토그래피 (n-hexane/ ethyl acetate; 5/1 v/v)로 분리하여 화합물 **a-2**을 얻었다(수율: 0.96 g (53%)).

[0068] ¹H NMR (300 MHz, DMSO-d₆) δ 8.64 (d, 1H), 7.70 (s, 1H), 7.43 (d, 1H), 6.83 (s, 1H), 2.40 (s, 3H).

[0069] **화합물 a-3의 제조**

[0070] 100 mL 2구 플라스크에 IrCl₃ · 3H₂O (0.67 g, 2.24 mmol)과 화합물 **a-2** (1.5 g, 5.61 mmol), 2-EtO-EtOH (20 mL)를 넣고, 80℃에서 12시간 동안 환류시켰다. 온도를 실온으로 내린 후 증류수 (50 mL)를 가하고 교반하면 침전물이 형성된다. 이 침전물을 여과하여 물 (50 mL x 3)로 씻은 후 건조하여 정제 과정 없이 다음 단계를 진행하였다.

[0071] ¹H NMR (300 MHz, DMSO-d₆) δ 7.64 (s, 2H), 7.33 (m, 2H), 7.16 (m, 4H), 7.09(d, 2H), 7.04 (d, 2H), 2.27 (s, 6H), 2.24 (s, 6H).

[0072] **화합물 A의 제조**

[0073] 잘 말린 2구 플라스크에 Na₂CO₃ (0.5 g)를 넣고 토치를 이용해 수분을 제거한 뒤, 화합물 **a-3** (1.3 g, 0.86 mmol)와 2,4-펜타다이온 (0.19 g 1.89 mmol), 2-에톡시에탄올 (10 mL)를 넣은 후 60℃에서 24시간 환류시켰다. 온도를 실온으로 내린 후, 증류수 (50 mL)을 가한 후 교반하면 침전물이 생기고, 이 침전물을 여과하여 물로 여러 번 씻은 후 건조시켰다. 컬럼 크로마토그래피 (dichloromethane)로 분리하여 화합물 **A**를 얻었다(수율: 0.13 g (9%)).

[0074] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ 8.30 (d, 2H), 6.97 (d, 2H), 6.85 (s, 2H), 5.32 (s, 1H), 2.35 (s, 6H), 2.12 (s, 6H).

[0075] ¹⁹F NMR (300 MHz, CDCl₃) δ -107.23, -111.59, -112.09, -114.72, -115.70, -115.74, -117.74, -117.78, -118.28, -118.32, -122.19, -122.69.

[0076] 상기 실시예 1에서 제조된 이리듐 착화합물 **A**의 열적 성질을 알아보기 위하여 질소 분위기 하에서 50℃부터 500℃까지 분(min)당 10℃로 가열하여 열중량분석(TGA)을 실시하여 그 결과를 도 1에 도시하였다.

[0077] 또한, 상기 실시예 1에서 제조된 이리듐 착화합물 **A**의 열 안정성을 열분석기(DSC)로 측정하였으며, 그 결과 도 2에 도시하였다.

[0078] 도 3에 상기 실시예 1에서 제조된 이리듐 착화합물 **A**의 액체 상태의 UV 흡수 및 PL 스펙트럼을 도시하였다.

[0079] 또한, 상기 실시예 1에서 제조된 이리듐 착화합물 **A**의 전기화학적 특성을 순환식 전압전류법 (Cyclic Voltammetry)를 통하여 측정하였다. Bu₄NClO₄(0.1 몰농도)의 용매 하에서 100mV/s의 조건으로 측정하였다. 측정 시 Pt 전극을 사용하여 코팅을 통해 전압을 인가하였다. 그 결과를 도 4에 도시하였다.

[0080] 또한, 상기 실시예 1에서 제조된 이리듐 착화합물 A의 액체상태의 PL 스펙트럼과 색좌표를 도 5에 도시하였다.

[0081] 하기 표 1에 상기 실시예 1에서 제조된 이리듐 착화합물 A의 분광학적, 열적 및 전기화학적 특성을 요약하였다.

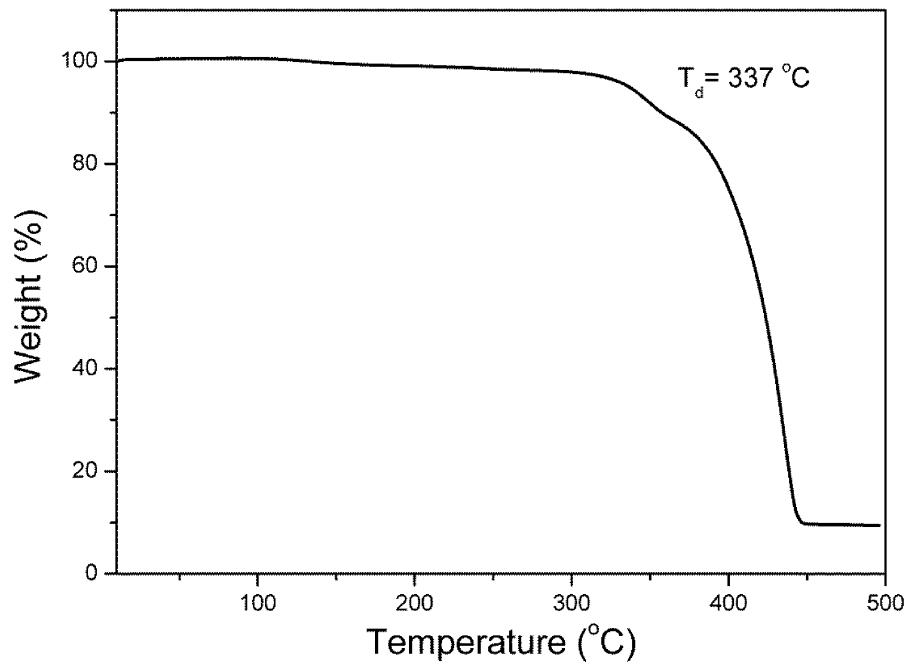
표 1

[0082]

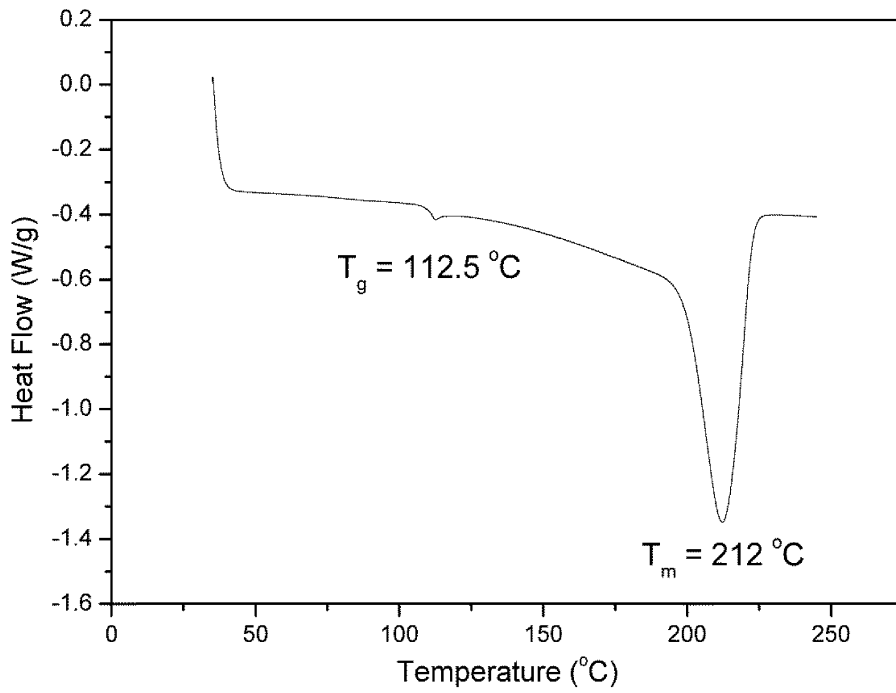
UV (nm)	PL (nm)	T _{5%<i>d</i>} (°C)	T _g (°C)	T _m (°C)	HOMO (eV)	LUMO (eV)	E _g (eV)	CIE (x, y)
249, 283, 334	401, 428	337	112.5	212	5.30	2.36	2.94	0.154, 0.036

도면

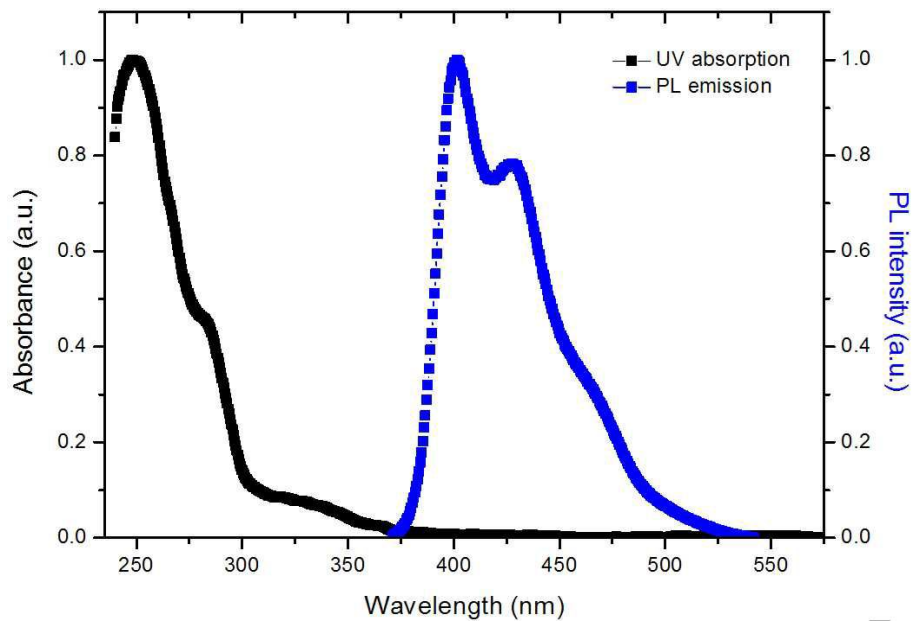
도면1



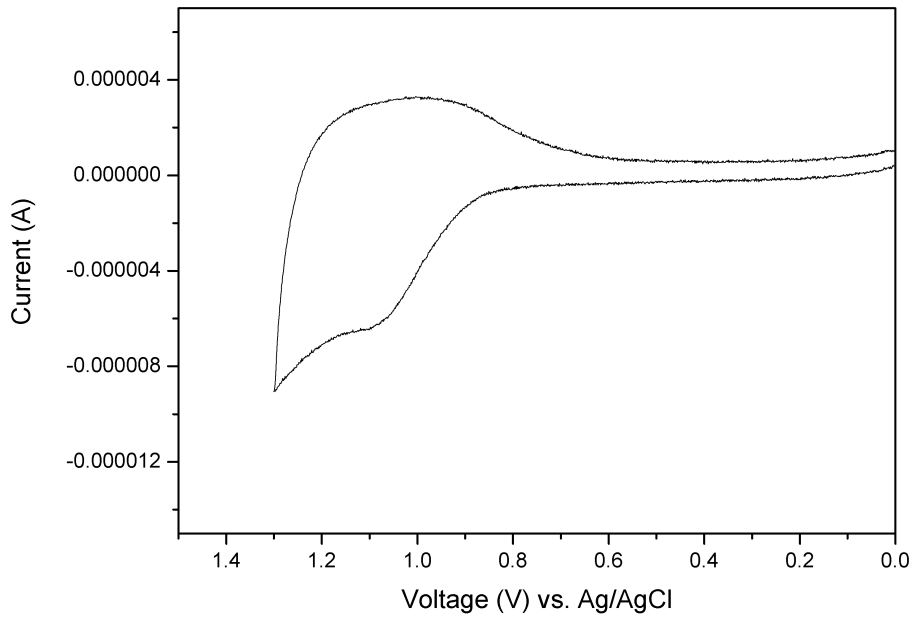
도면2



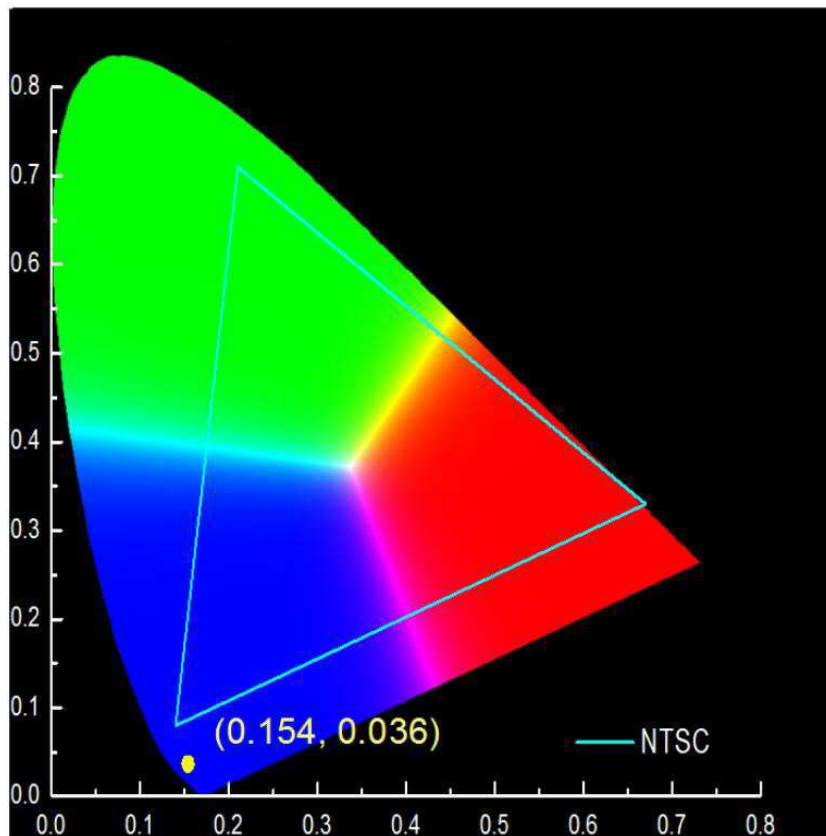
도면3



도면4



도면5



专利名称(译)	标题：含有新型氟代环烯烃的铽络合物和使用它的有机电致发光化合物		
公开(公告)号	KR1020140098497A	公开(公告)日	2014-08-08
申请号	KR1020130011239	申请日	2013-01-31
申请(专利权)人(译)	学术合作司		
当前申请(专利权)人(译)	学术合作司		
[标]发明人	KIM YUN HI 김윤희 KWON SOON KI 권순기 HWANG JAEYOUNG 황재영		
发明人	김윤희 권순기 황재영		
IPC分类号	C09K11/06 C01G55/00 H01L51/50		
CPC分类号	H01L51/0085 C07F15/0033 C09K2211/185		
代理人(译)	金正日关 昌熙园		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明涉及一种新型蓝色磷光材料和使用该蓝色磷光材料的有机电致发光器件，更具体地说，涉及一种新形式的蓝色磷光铽络合物化合物，其将作为电子牵引构件的氟代环烯烃应用于铽络合物的主配体。化合物，以及使用其的有机电致发光器件。根据本发明的蓝色磷光铽配位化合物可以是形成高色纯度和高发光效率的有机电致发光器件的发光材料，并且可以用作用于真空沉积和溶液工艺的蓝色磷光材料。

