



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2011-0082596
(43) 공개일자 2011년07월19일

- (51) Int. Cl.
C07F 15/00 (2006.01) *C09K 11/06* (2006.01)
H01L 51/50 (2006.01)
- (21) 출원번호 10-2011-7012506
(22) 출원일자(국제출원일자) 2009년11월27일
심사청구일자 2011년06월10일
(85) 번역문제출일자 2011년05월31일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2009/006425
(87) 국제공개번호 WO 2010/061625
국제공개일자 2010년06월03일
(30) 우선권주장
JP-P-2008-304956 2008년11월28일 일본(JP)
JP-P-2009-136102 2009년06월05일 일본(JP)

- (71) 출원인
도꾸리쓰교세이호징 리가가쿠 겐큐소
일본국 사이타마현 와코시 히로사와 2-1
- (72) 발명자
호우, 자오민
일본 사이타마 351-0198, 와코-시, 히로사와, 2-1, 도꾸리쓰교세이호징 리가가쿠 겐큐소 내
리우, 유
일본 사이타마 351-0198, 와코-시, 히로사와, 2-1, 도꾸리쓰교세이호징 리가가쿠 겐큐소 내
- (74) 대리인
손민

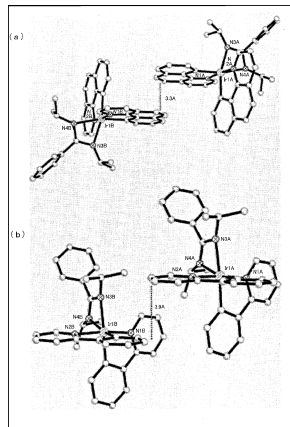
전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 신규화합물 및 그 용도

(57) 요약

본 발명에 관련되는 화합물은 일반식 (1)로 나타내는 것이다. 이에 따라, 발광 도펀트(Dopant)로서는 물론, 단독으로 사용한 경우라도 실용상 충분한 발광특성을 나타내는 신규화합물 및 그 이용을 제공한다.

대표도 - 도1

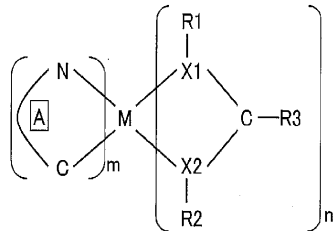


특허청구의 범위

청구항 1

하기의 화학식 (1)로 나타내는 것을 특징으로 하는 화합물.

[화학식 1]



상기 화학식 (1) 중, C^N(A로 나타내는 부분은 시클로메탈화 배위자를 나타내고, M은 천이금속원자를 나타내며,

X1 및 X2는 서로 독립적으로 질소원자; 산소원자; 유황원자; 또는 인(磷)원자를 나타내며,

R1 및 R2는 서로 독립적으로 직쇄상, 분기상 또는 환상의 알킬기; 아릴기; 아랄킬기; 또는 에테르기를 나타내며, 이들의 기는 치환기를 가질 수 있으며,

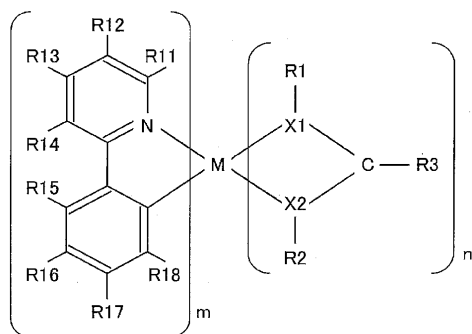
R3은 직쇄상, 분기상 또는 환상의 알킬기; 알케닐기; 알키닐기; 아릴기; 아랄킬기; 지방족, 방향족 또는 환상의 아미노기; 포스포노기; 보릴기; 알킬티오기; 아릴티오기; 알콕시기; 아릴옥시기; 에테르기; 또는 이미노기를 나타내고, 이들의 기는 치환기를 가질 수 있으며,

m 및 n은 어느 것이나 1 이상의 정수이며, m과 n의 합계는 M에 배위할 수 있는 배위자의 최대수 이하이다.

청구항 2

하기 화학식 (2)로 나타내는 것을 특징으로 하는 화합물.

[화학식 2]



상기 화학식 (2) 중, M은 천이금속원자를 나타내며,

X1 및 X2는 서로 독립적으로 질소원자; 산소원자; 유황원자; 또는 인원자를 나타내며,

R1 및 R2는 서로 독립적으로 직쇄상, 분기상 또는 환상의 알킬기; 아릴기; 아랄킬기; 또는 에테르기를 나타내며, 이들의 기는 치환기를 가질 수 있으며,

R3은 직쇄상, 분기상 또는 환상의 알킬기; 알케닐기; 알키닐기; 아릴기; 아랄킬기; 지방족, 방향족 또는 환상의 아미노기; 포스포노기; 보릴기; 알킬티오기; 아릴티오기; 알콕시기; 아릴옥시기; 에테르기; 또는 이미노기를 나타내고, 이들의 기는 치환기를 가질 수 있으며,

R11, R12, R13, R14, R15, R16, R17 및 R18은 서로 독립적으로, 수소원자; 할로젠원자; 또는 탄소수 1~10개의

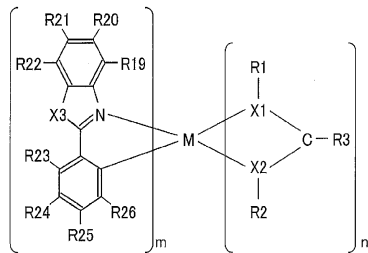
탄화수소기를 나타내고, 탄화수소기에 포함되는 적어도 하나의 수소는 할로겐원자로 치환될 수 있으며, 탄화수소기가 2개 이상의 탄소원자를 포함하는 경우에 해당 탄소원자의 일부가 유황원자 또는 질소원자로 치환될 수 있으며 탄화수소기그룹이 서로 연결하여 환을 형성할 수도 있으며,

m 및 n은 어느 것이나 1 이상의 정수이며, m과 n의 합계는 M에 배위할 수 있는 배위자의 최대수 이하이다.

청구항 3

하기의 화학식 (3)으로 나타내는 것을 특징으로 하는 화합물.

[화학식 3]



상기 화학식 (3) 중, M은 천이금속원자를 나타내며,

X1 및 X2는 서로 독립적으로 질소원자; 산소원자; 유황원자; 또는 인원자를 나타내며,

X3은 산소원자 또는 유황원자를 나타내며,

R1 및 R2는 서로 독립적으로 직쇄상, 분기상 또는 환상의 알킬기; 아릴기; 아랄킬기; 또는 에테르기를 나타내며, 이들의 기는 치환기를 가질 수 있으며,

R3은 직쇄상, 분기상 또는 환상의 알킬기; 알케닐기; 알키닐기; 아릴기; 아랄킬기; 지방족, 방향족 또는 환상의 아미노기; 포스포노기; 보틸기; 알킬티오기; 아릴티오기; 알콕시기; 아릴옥시기; 에테르기; 또는 이미노기를 나타내고, 이들의 기는 치환기를 가질 수 있으며,

R19, R20, R21, R22, R23, R24, R25 및 R26은 서로 독립적으로 수소원자; 할로겐원자; 또는 탄소수 1~10개의 탄화수소기를 나타내고, 탄화수소기에 포함되는 적어도 하나의 수소는 할로겐원자로 치환될 수 있으며, 탄화수소기가 2개 이상의 탄소원자를 포함하는 경우에 해당 탄소원자의 일부가 유황원자 또는 질소원자로 치환될 수 있으며, 탄화수소기그룹이 서로 연결하여 환을 형성할 수도 있으며,

m 및 n은 어느 것이나 1 이상의 정수이며, m과 n의 합계는 M에 배위할 수 있는 배위자의 최대수 이하이다.

청구항 4

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 화학식 (1) 또는 (2) 중에서, M이 이리듐을 나타내고, X1 및 X2가 질소원자를 나타내는 것을 특징으로 하는 화합물.

청구항 5

제 3 항에 있어서,

상기 화학식 (3) 중에서, M이 이리듐을 나타내고, X1 및 X2가 질소원자를 나타내며, X3이 유황원자를 나타내는 것을 특징으로 하는 화합물.

청구항 6

제 1항 내지 제 5항 중 어느 한 항에 기재된 화합물에 전압을 인가하고, 해당 화합물을 발광시키는 것을 특징으로 하는 발광방법.

청구항 7

한 쌍의 전극과, 해당 한 쌍의 전극 사이에 배치된 발광재료를 포함하는 발광층을 포함해서 이루어지는 발광소

자로서,

상기 발광층이 제 1항 내지 제 5항 중 어느 한 항에 기재된 화합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 발광소자.

청구항 8

제 7 항에 있어서,

상기 발광층이 발광재료로서 제 1항 내지 제 5항 중 어느 한 항에 기재된 화합물만을 포함하는 것을 특징으로 하는 발광소자.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 신규화합물 및 이 화합물의 용도에 관한 것이다. 더욱 상세하게는 상기 화합물을 포함하는 발광소자에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 인광(磷光) 발광하는 금속 착체(錯體)를 발광재료로 한 유기발광소자(이하 「OLEDs」라고 칭한다: Organic Light-Emitting Devices)는 형광발광재료보다 발광효율이 현저하게 높기 때문에 주목을 받고 있다.

[0003] 상기 발광재료가 되는, 백금, 오스뮴 또는 이리듐을 포함하는 중금속 착체 중에서 이리듐 착체가 발광효율이 가장 높다.

[0004] 그러나 고성능 OLEDs는 4,4'-N,N'-디카르바졸-비페닐(dicarbazole-biphenyl)(이하 「CBP」라고 칭한다) 등의 발광 호스트를 기재로 하고, 그것에 이리듐 착체(발광 도펀트)를 도프한 것으로서, 또한 해당 이리듐 착체가 저농도이며 또한 일정 농도 이내(예를 들면, 6중량% 내지 10중량%의 범위 내)가 되도록 정확하게 컨트롤하지 않으면 얻을 수 없다.

[0005] 즉, 고성능 OLEDs의 제조에는 발광 도펀트의 도프량을 최적화하기 위해서 신중한 공정제어가 요구된다. 게다가, 이 OLEDs를 장기로 사용하면, 발광 호스트와 발광 도펀트가 상 분리를 일으킨다고 하는 문제도 갖는다.

[0006] 그래서, 발광 호스트에 발광 도펀트를 도프하는 타입의 OLEDs(이하 「도프형 OLEDs」)에 대신하여 도프하지 않는 타입의 OLEDs(이하 「비도프형 OLEDs」)의 개발도 진행되고 있다. 실용상 충분한 성능을 나타내는 비도프형 OLEDs를 개발할 수 있으면, 상기한 도프량의 엄밀한 제어나 상 분리의 문제로부터 해방된다.

[0007] 또한, 종래의 발광 도펀트를 이용해서 비도프형 OLEDs를 제작해도, 최고 성능인 도프형 OLEDs와 비교하면, 얻어지는 휘도 및 발광효율의 점에서 약 1자리 수 이상 성능이 뒤떨어진다(비특허문헌 1 참조). 이 문제는 인광 발광재료에 공통되는 특징인, 캐리어(전하)의 이동이 매우 적은 것, 또는 발광재료에 의한 자기 소광(消光)의 적어도 한쪽에 기인한다고 생각된다.

[0008] 그래서 비특허문헌 2~5에 기재된 바와 같이, 비도프형 OLEDs에 적합한 신규의 인광 발광재료의 개발이 진행되고 있다.

[0009] 또, 비특허문헌 6에 기재된 바와 같이, 입체 제어 스페이서를 인광 발광재료에 도입하고, 자기 소광을 저감하는 시도도 이루어지고 있다.

선행기술문헌

비특허문헌

- [0010] (비특허문헌 0001) 비특허문헌 1: S. Lamansky등: J. Am. Chem. Soc. 2001, 123, 4304.
 (비특허문헌 0002) 비특허문헌 2: Y. Wang등: Appl. Phys. Lett. 2001, 79, 449.
 (비특허문헌 0003) 비특허문헌 3: R. J. Holmes등: Appl. Phys. Lett 2003, 83, 3818.
 (비특허문헌 0004) 비특허문헌 4: Y. H. Song등: Adv. Func. Mater. 2004, 14, 1221.

(비특허문헌 0005) 비특허문헌 5: Z. W. Liu등: Adv. Func. Mater. 2006, 16, 1441.

(비특허문헌 0006) 비특허문헌 6: H. Z. Xie등: Adv. Mater. 2001, 13, 1245.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0011] 그러나, 비특허문헌 2~5에 기재된 인광 발광재료의 대부분은 합성경로가 매우 복잡한데다가, 실용레벨로부터는 거리가 먼 성능밖에 얻지 못한다고 하는 문제를 갖는다.

[0012] 또, 비특허문헌 6에 기재된 인광 발광재료도 합성이 용이하다고는 말할 수 없으며, 또 그의 성능은 실용상 충분한 레벨이라고는 할 수 없다고 하는 문제를 갖는다.

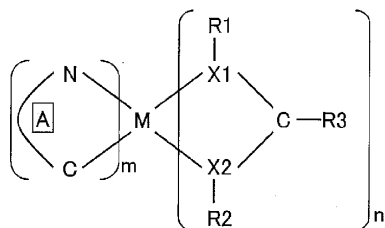
[0013] 본원 발명은 상기의 문제점에 감안하여 이루어진 것이며, 그의 목적은 발광 도펀트로서는 물론, 단독으로 사용한 경우라도 실용상 충분한 발광특성을 나타내는 신규 화합물 및 그의 용도를 제공하는 것에 있다.

과제의 해결 수단

[0014] 본원 발명자들은 상기 과제를 해결하기 위해서 예의검토를 한 결과, 특정의 구조를 갖는 보조 배위자를 사용하는 것으로, 우수한 인광 발광특성을 나타내는 화합물이 얻어질 수 있다는 것을 밝혀내고, 본원 발명을 완성하기에 이르렀다.

[0015] 즉, 본 발명에 관련되는 화합물은 상기 과제를 해결하기 위해서 하기의 화학식 (1)로 나타내어지는 화합물인 것을 특징으로 하고 있다. 이것에 따르면, 발광 도펀트로서는 물론, 단독으로 사용한 경우라도 실용상 충분한 발광특성을 나타내는 신규 화합물을 제공할 수 있다고 하는 효과를 나타낸다.

[0016] [화학식 1]

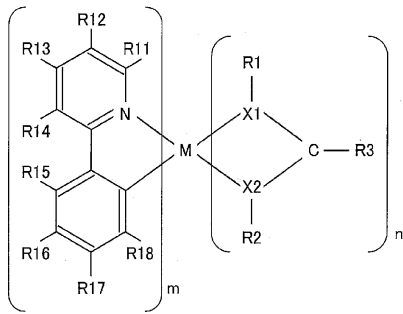


[0017]

[0018] 상기식 (1) 중, CⁿN(A로 나타내는 부분은 시클로메탈화 배위자를 나타내고, M은 천이금속원자를 나타내며 X1 및 X2는 서로 독립적으로 질소원자; 산소원자; 유황원자; 또는 인(磷)원자를 나타내며, R1 및 R2는 서로 독립적으로 직쇄상, 분기상 또는 환상의 알킬기; 아릴기; 아랄킬기; 또는 에테르기를 나타내며, 이들의 기는 치환기를 가질 수 있으며, R3은 직쇄상, 분기상 또는 환상의 알킬기; 알케닐기; 알키닐기; 아릴기; 아랄킬기; 지방족, 방향족 또는 환상의 아미노기; 포스포노기; 보릴기; 알킬티오기; 아릴티오기; 알콕시기; 아릴옥시기; 에테르기; 또는 이미노기를 나타내고, 이들의 기는 치환기를 가질 수 있으며, m 및 n은 어느 것이나 1 이상의 정수이며, m과 n의 합계는 M에 배위할 수 있는 배위자의 최대수 이하이다.

[0019] 본 발명에 따른 화합물은 하기의 화학식 (2) 또는 (3)으로 나타내는 화합물인 것이 더욱 바람직하다.

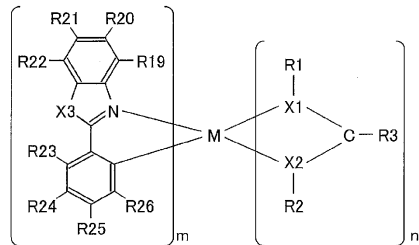
[0020] [화학식 2]



[0021]

[0022] 상기 식 (2) 중, M, X1, X2, R1, R2, R3, m 및 n의 정의는 상기 화학식 (1)과 같으며, R11~R18은 서로 독립적으로 수소원자; 할로겐원자; 또는 탄소수 1~10개의 탄화수소기를 나타내며, 탄화수소기에 포함되는 적어도 하나의 수소는 할로겐원자로 치환될 수 있으며, 탄화수소기가 2개 이상의 탄소원자를 포함하는 경우에 해당 탄소원자의 일부가 유황원자 또는 질소원자로 치환될 수 있으며, 탄화수소 그룹이 서로 연결해서 환을 형성할 수 있다.

[0023] [화학식 3]



[0024]

[0025] 상기 식 (3) 중, M, X1, X2, R1, R2, R3, m 및 n의 정의는 상기 화학식 (1)과 같으며, X3은 유황원자 또는 산소원자를 나타내며 R19~R26은 서로 독립적으로 수소원자; 할로겐원자; 또는 탄소수 1~10개의 탄화수소기를 나타내며, 탄화수소기에 포함되는 적어도 하나의 수소는 할로겐원자로 치환될 수 있으며, 탄화수소기가 2개 이상의 탄소원자를 포함하는 경우에 해당 탄소원자의 일부가 유황원자 또는 질소원자로 치환될 수 있으며, 탄화수소 그룹이 서로 연결해서 환을 형성할 수 있다.

[0026] 본 발명에 따른 화합물은 상기 화학식 중에서 M이 이리듐을 나타내고, X1 및 X2가 질소원자를 나타내는 것이 더욱 바람직하다.

[0027] 본 발명에 따른 화합물은 상기 화학식 중에서, 추가로 X3이 유황원자를 나타내는 것이 더욱 바람직하다.

[0028] 본 발명에 따른 발광방법은 상기 화합물에 전압을 인가하여 발광시키는 것을 특징으로 하고 있다.

[0029] 본 발명에 따른 발광소자는 한 쌍의 전극과 상기 한 쌍의 전극 사이에 배치된 발광재료를 포함하는 발광층을 포함해서 이루어지는 발광소자로서, 상기 발광층이 본 발명에 따른 화합물을 포함해서 이루어지는 것을 특징으로 하고 있다. 이것에 따르면, 실용상 충분한 발광특성을 나타내는 발광소자를 제공할 수 있다.

[0030] 본 발명에 따른 발광소자는 발광재료로서 본 발명에 따른 화합물만을 포함해서 이루어지는 것이 더욱 바람직하다. 이것에 따르면, 발광층의 형성이 용이하고, 또한 품질 열화의 우려가 저감된 발광소자를 제공할 수 있다.

발명의 효과

[0031] 본 발명에 따른 화합물 및 그 용도에 따르면, 발광 도펀트로서는 물론, 단독으로 사용한 경우라도 실용상 충분한 발광특성을 나타내는 신규화합물, 해당 화합물을 이용한 발광방법 및 발광소자를 제공할 수 있다고 하는 효과를 이룬다.

도면의 간단한 설명

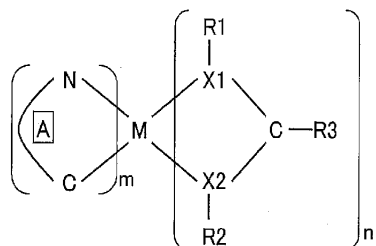
[0032] 도 1의 (a)·(b)는 본 발명에 따른 화합물의 결정패킹을 설명하는 개략도이다.

- 도 2는 탈기한 디클로로메탄 중에서 또는 고상 상태에서 관찰한, 본 발명에 따른 화합물의 UV-Vis 흡수스펙트럼과 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 3은 본 발명에 따른 유기발광소자(OLEDsI~IV)의 구조와 해당 유기발광소자를 구성하는 재료의 화학 구조를 나타내는 설명도이다.
- 도 4는 6V의 구동전압을 인가했을 때의 OLEDsI~IV의 EL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 5는 OLEDsI~IV의 휘도-전압특성의 측정결과를 나타내는 그래프이다.
- 도 6은 OLEDsI~IV의 전류밀도-발광효율의 관계를 나타내는 그래프이다.
- 도 7은 본 발명에 따른 다른 화합물의 결정패킹을 설명하는 개략도이다.
- 도 8은 본 발명에 따른 다른 화합물의 UV-Vis 흡수스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 9는 본 발명에 따른 다른 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 10은 10000cd/m²의 휘도에 있어서의 본 발명에 따른 다른 유기발광소자(OLEDsV~VIII)의 EL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 11은 OLEDsV~VIII의 전류밀도-외부양자효율의 관계를 나타내는 그래프이다.
- 도 12는 OLEDsV~VIII의 전류밀도-발광효율의 관계를 나타내는 그래프이다.
- 도 13은 OLEDsV~VII의 휘도-전류밀도-전압특성의 관계를 나타내는 그래프이다.
- 도 14는 또 다른 소자의 전류밀도-전계의 관계를 나타내는 그래프이다.
- 도 15는 탈기한 디클로로메탄 중에서 관찰한, 본 발명에 따른 다른 화합물의 UV-Vis 흡수스펙트럼과 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 16은 고상 상태에서 관찰한 도 15에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 17은 탈기한 디클로로메탄 중에서 관찰한, 본 발명에 따른 다른 화합물의 UV-Vis 흡수스펙트럼과 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 18은 탈기한 디클로로메탄 중에서 관찰한, 본 발명에 따른 다른 화합물의 UV-Vis 흡수스펙트럼과 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 19는 고상 상태에서 관찰한, 도 18에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 20은 클로로포름 중에서 관찰한, 본 발명에 따른 다른 화합물의 UV-Vis 흡수스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 21은 클로로포름 중에서 관찰한, 도 20에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 22는 고상 상태에서 관찰한, 도 20에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 23은 클로로포름 중에서 관찰한, 본 발명에 따른 다른 화합물의 UV-Vis 흡수스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 24는 클로로포름 중에서 관찰한, 도 23에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 25는 고상 상태에서 관찰한, 도 23에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 26은 클로로포름 중에서 관찰한, 본 발명에 따른 다른 화합물의 UV-Vis 흡수스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 27은 클로로포름 중에서 관찰한, 도 26에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 28은 고상 상태에서 관찰한, 도 26에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 29는 클로로포름 중에서 관찰한, 본 발명에 따른 다른 화합물의 UV-Vis 흡수스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 30은 클로로포름 중에서 관찰한, 도 29에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 31은 고상 상태에서 관찰한, 도 29에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다. L
- 도 32는 클로로포름 중에서 관찰한, 본 발명에 따른 다른 화합물의 UV-Vis 흡수스펙트럼을 나타내는 그래프이다.

- 도 33은 클로로포름 중에서 관찰한, 도 32에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 34는 고상 상태에서 관찰한, 도 32에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 35는 클로로포름 중에서 관찰한, 본 발명에 따른 다른 화합물의 UV-Vis 흡수스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 36은 클로로포름 중에서 관찰한, 도 35에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 37은 고상 상태에서 관찰한, 도 35에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 38은 클로로포름 중에서 관찰한, 본 발명에 따른 다른 화합물의 UV-Vis 흡수스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 39는 클로로포름 중에서 관찰한, 도 38에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 40은 고상 상태에서 관찰한, 도 38에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 41은 클로로포름 중에서 관찰한, 본 발명에 따른 다른 화합물의 UV-Vis 흡수스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 42는 클로로포름 중에서 관찰한, 도 41에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 43은 고상 상태에서 관찰한, 도 41에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 44는 클로로포름 중에서 관찰한, 본 발명에 따른 다른 화합물의 UV-Vis 흡수스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 45는 클로로포름 중에서 관찰한, 도 44에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 46은 고상 상태에서 관찰한, 도 44에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 47은 클로로포름 중에서 관찰한, 본 발명에 따른 다른 화합물의 UV-Vis 흡수스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 48은 클로로포름 중에서 관찰한, 도 47에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 49는 고상 상태에서 관찰한, 도 47에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 50은 클로로포름 중에서 관찰한, 본 발명에 따른 다른 화합물의 UV-Vis 흡수스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 51은 클로로포름 중에서 관찰한, 도 50에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 52는 고상 상태에서 관찰한, 도 50에서의 화합물의 PL스펙트럼을 나타내는 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0033] 이하, 본 발명의 실시형태에 대해서 상세하게 설명한다.
- [0034] [본 발명에 관련되는 신규화합물]
- [0035] 본 발명에 따른 신규화합물은 이하의 화학식 (1)에 나타내는 구조를 갖는 것이다.
- [0036] [화학식 1]

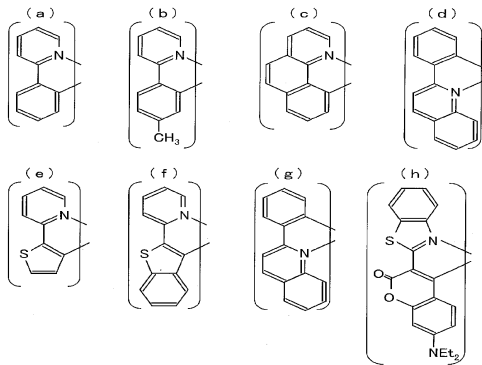


- [0037]
- [0038] 상기식 중, C^N(이하 A로 한다)은 시클로 메탈화 배위자를 나타낸다. 또한, A가 복수 개인 경우(후술하는 m이 2 이상의 정수인 경우)에는 복수의 A는 동일한 시클로 메탈화 배위자를 낼 수 있거나 또는, 서로 다른 시클로 메탈화 배위자를 나타낼 수 있다. 신규화합물의 합성의 용이함 및 해당 화합물의 발광특성을 증가하는 관점에서는, 복수 개의 A는 동일한 시클로 메탈화 배위자인 것이 바람직하다. 또한, 시클로 메탈화 배위자의 부분은 본 발명에 따른 신규화합물에 있어서 오로지 발광현상에 직접 관련되는 부분(발광성의 배위자)으로서 기능한다.

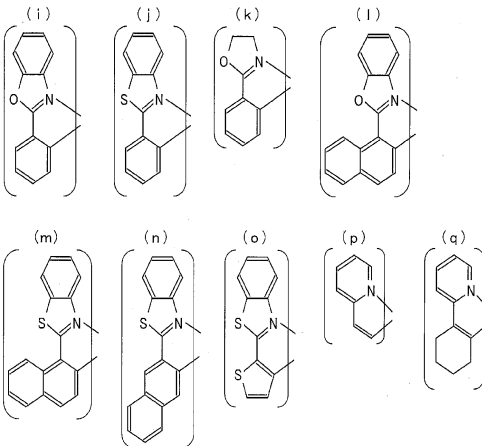
즉, 3중 여기(勵起) 상태로부터의 발광(인광 발광)이 발생하는 부분으로서 기능한다.

[0039] 상기의 시클로 메탈화 배위자로서는 금속 착체의 발광현상에 직접 관련되는 것이 알려져 있는 어느 것의 배위자를 채용할 수 있으며, 소망하는 발광특성(발광과장 등)에 따라 적절히 선택할 수 있다. 특히 한정되는 것은 아니지만, 구체적으로는 예를 들면, 하기의 화학식 (4)의 (a)~(q)에 나타내는 시클로 메탈화 배위자를 들 수 있다. 또한, 화학식 (4) 중에 있어서 방향족환 또는 복소환 또는 그 외의 탄소상에 있는 수소원자는 예를 들면, 불소원자, 염소원자, 브롬원자, 요오드원자 등의 할로젠기; 탄소수가 1~20개, 바람직하게는 1~6개의 알킬기 등의 탄화수소기; 탄소수가 1~20개, 바람직하게는 1~6개의 할로젠화 알킬기 등의 할로젠화 탄화수소기; 아미노기; 알콕시기; 티오알콕시기; 방향족환, 복소환, 혹은, 포화 또는 불포화의 탄화수소환 등의 치환기에 의해 치환될 수도 있다. 또한 화학식 (4)로 나타내는 시클로 메탈화 배위자는 1~ 수개의 방향족환, 복소환, 혹은, 포화 또는 불포화의 탄화수소환 등의 환상 구조를 추가로 구비한 구조일 수도 있다.

[0040] [화학식 4]



[0041]



[0042]

[0043] 또한, 화학식 (1) 중, R1-X1-C(R3)-X2-R2로 나타내는 부위는, 본 발명에 따른 신규화합물의 입체제어에 관련되는 보조 배위자로서 기능하고 있다고 추정된다. 또한 X1, X2가 갖는 고립전자 쌍에 의해 잠재적인 정공수송능(potential hole-transport capability)도 가진다고 추정된다. 또한, 이 보조 배위자가 복수 개인 경우(후술하는 n이 2 이상의 정수인 경우)에는 복수의 보조 배위자는 동일해도 좋으며, 서로 다르게 있어도 좋다.

[0044] 종래는 보조 배위자로서 아세틸아세토네이트 배위자(acetylacetonate: acac라고 칭한다)가 널리 사용되고 있었지만, 본 발명에서는 상기 보조 배위자를 채용하는 것으로, 자기 소광의 발생이 최소한으로 억제되고, 또한 전하수송능력이 증강된 신규의 인광 발광물질(본 발명의 신규화합물)을 매우 간단한 합성방법에 의해 제공할 수 있다. 이에 따라, 발광 도펀트로서는 물론, 단독으로 사용한 경우에서도 실용상 충분한 발광특성을 나타내는 신규의 발광재료를 제공할 수 있다.

[0045] 화학식 (1) 중, X1 및 X2는 서로 독립적으로 질소원자(N); 산소원자(O); 유황원자(S); 또는 인원자(P)를 나타내고, 그 중에서 X1 및 X2의 쌍방이 질소원자를 나타내는 아미디네이트(amidinate) 구조 혹은 구아니디네이트(guanidinato) 구조, 또는 적어도 어느 한쪽이 인원자를 나타내는 포스피디네이트(Phosphidinato) 구조인 것이 바람직하다.

[0046] 또한, 화학식 (1) 중, R1 및 R2는 서로 독립적으로 직쇄상, 분기상 또는 환상의 알킬기; 아릴기; 아랄킬기; 또

는 에테르기를 나타낸다. 여기에서 알킬기로서는, 예를 들면 메틸기, 에틸기, n-프로필기, 이소프로필기, n-부틸기, s-부틸기, 이소부틸기, t-부틸기 등의 탄소수 1~10개의 직쇄상 또는 분기상의 알킬기나, 시클로펜틸기, 시클로헥실기 등의 시클로알킬기가 예시된다. 아릴기로서는, 예를 들면 페닐기 등이 예시된다. 아랄킬기로서는, 예를 들면 벤질기 등이 예시된다. 에테르기로서는, 예를 들면 디에틸에테르기, 에틸메틸에테르기, 시클로펜틸메틸에테르기, 시클로헥실메틸에테르기, 페닐메틸에테르기 등이 예시된다. 또한, 이들의 기는 어느 것이나, 예를 들면 탄소수 1~4개의 알킬기, 할로젠기, 탄소수 1~4개의 할로젠화 알킬기 등의 치환기를 가질 수도 있다. 이들의 예시 중에서는 할로젠화될 수 있는 이소부틸기 혹은 이소프로필기, 치환기를 가질 수 있는 시클로헥실기, 치환기를 가질 수 있는 아릴기가 바람직하다. 또한, X1 또는 X2가 인원자인 경우, 이의 인 원자에는 2개의 R1 또는 R2가 결합할 수 있다. 이때, 2개의 R1의 각각, 또는 2개의 R2의 각각은 동일 또는 상이할 수 있다.

[0047] 또한, 화학식 (1) 중, R3은 직쇄상, 분기상 또는 환상의 알킬기; 알케닐기; 알키닐기; 아릴기; 아랄킬기; 지방족, 방향족 또는 환상의 아미노기; 포스포노기; 보릴기; 알킬티오기; 아릴티오기; 알콕시기; 아릴옥시기; 에테르기; 또는 이미노기를 나타낸다. 여기에서 알킬기로서는, 예를 들면 메틸기, 에틸기, n-프로필기, 이소프로필기, n-부틸기, s-부틸기, 이소부틸기, t-부틸기 등의 탄소수 1~10개의 직쇄상 또는 분기상의 알킬기나, 시클로펜틸기, 시클로헥실기 등의 시클로알킬기가 예시된다. 알케닐기로서는 예를 들면 페닐 비닐기 등이 예시된다. 알키닐기로서는 예를 들면 페닐아세틸기 등이 예시된다. 아릴기로서는, 예를 들면 페닐기, 인데닐기, 플루오레닐(fluorenyl)기, 나프틸기, 티오펜틸기, 피리딜기 등이 예시된다. 아랄킬기로서는, 예를 들면 벤질기 등이 예시된다. 지방족의 아미노기로서는, 예를 들면 디에틸아미노기, 디이소프로필아미노기, 디이소부틸아미노기, 디알릴아미노기, 비스(트리메틸실릴)아미노기 등이 예시된다. 방향족의 아미노기로서는, 예를 들면 페닐아미노기, 디페닐아미노기 등이 예시된다. 환상의 아미노기로서는, 예를 들면 카르바졸일기, 인돌일기 등이 예시된다. 보릴기로서는, 예를 들면 페닐보릴 등이 예시된다. 아릴티오기로서는, 예를 들면 페닐티오기 등이 예시된다. 알콕시기로서는, 예를 들면 메톡시기, 이소프로필옥시기, t-부톡시기 등이 예시된다. 아릴옥시기로서는, 예를 들면 페닐옥시기 등이 예시된다. 에테르기로서는, 예를 들면 디에틸에테르기, 에틸메틸에테르기, 시클로펜틸메틸에테르기, 시클로헥실메틸에테르기, 페닐메틸에테르기 등이 예시된다. 이미노기로서는, 예를 들면 이소프로필이미노기 등이 예시된다. 또한, 이들의 기는 어느 것이나, 예를 들면 탄소수 1~4개의 알킬기, 할로젠기, 탄소수 1~4개의 할로젠화 알킬기 등의 치환기를 가질 수 있다. 이들의 예시 중에서는, 할로젠화될 수 있는 이소부틸기, 치환기를 가질 수 있는 시클로헥실기, 치환기를 갖고 있어도 좋은 아릴기가 바람직하고, 이 중에서도 치환기를 갖고 있어도 좋은 아릴기가 더욱 바람직하며, 치환기를 가질 수 있는 페닐기가 특히 바람직하다.

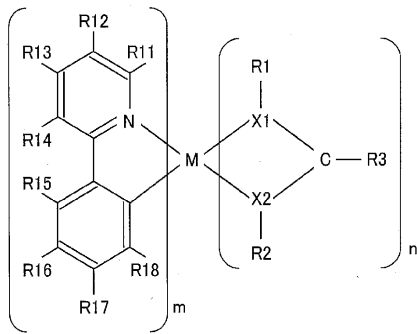
[0048] 즉, 상기의 보조 배위자로서 특히 바람직한 것은, 1) X1, X2의 쌍방이 질소원자를 나타내는 아미디네이트 구조 혹은 구아니디네이트 구조, 또는 적어도 어느 한쪽이 인원자를 나타내는 포스포디네이트 구조를 가지며, 또한 2) R1 및 R2가 서로 독립적으로 할로젠화될 수 있는 이소부틸기, 이소프로필기 혹은 tert부틸기, 치환기를 가질 수 있는 시클로헥실기, 치환기를 가질 수 있는 아릴기, 또는 에테르기의 어느 하나이며, 또한 3) R3가 치환기를 가질 수 있는 페닐기, 디페닐아미노기, 디알릴아미노기, 디에틸아미노기, 디이소부틸아미노기, 디이소프로필아미노기, 디트리메틸실릴아미노기, 카르바졸일기, 플루오레닐기, 또는 이소프로필이미노기인 것을 들 수 있다.

[0049] 또한, 상기 화학식 (1) 중, 중심 금속(M)은 천이금속원자로부터 임의로 선택되는 금속이며, 예를 들면, 이리듐(Ir), 백금, 팔라듐, 로듐, 레늄, 루테튬, 오스뮴, 탈륨, 납, 비스무트, 인듐, 주석, 안티몬, 텔루르, 금, 은 등을 들 수 있으며, 그 중에서는 이리듐, 오스뮴 또는 백금의 어느 하나가 바람직하고, 이리듐이 더욱 바람직하다.

[0050] 또한, 상기 화학식 (1) 중, m 및 n은 어느 것이나 1 이상의 정수이며, m과 n의 합계는 중심 금속(M)에 배위할 수 있는 배위자의 최대수 이하, 바람직하게는 해당 최대수와 동수이다. 중심 금속(M)의 종류에 따라 다르지만, 더욱 우수한 발광특성을 얻기 위해서는 n이 1이며, m이(중심 금속(M)에 배위할 수 있는 배위자의 최대수-1)인 것이 바람직하다. 예를 들면, 중심 금속(M)이 이리듐인 경우, m과 n의 합계는 3 이하가 되므로, n이 1이며, m이 2인 것이 바람직하다.

[0051] 추가로 상기 화학식 (1)로 나타내는 본 발명에 따른 신규화합물은 이하의 화학식 (2)로 나타내는 것이 바람직하다.

[0052] [화학식 2]



[0053]

[0054]

상기 화학식 (2) 중, R11, R12, R13, R14, R15, R16, R17 및 R18(이하, R11~18로 총칭)은 서로 독립적으로, 수소원자; 할로젠원자; 또는 탄소수 1~10개의 탄화수소기를 나타낸다. 여기에서, 해당 탄화수소기에 포함되는 탄소수는 바람직하게는 1~5개이다. 또한, 해당 탄화수소기에 포함되는 적어도 하나의 수소원자는 불소, 염소, 브롬, 요오드 등의 할로젠원자로 치환될 수 있다. 또한, 해당 탄화수소기가 2개 이상의 탄소원자를 포함하는 경우에, 해당 탄소원자의 일부가 유황원자 또는 질소원자의 적어도 한쪽으로 치환될 수도 있다. 또한 탄화수소기 그룹(더욱 바람직하게는, 인접하는 탄화수소기 즉, R11과 R12, R12와 R13, R13과 R14, R14와 R15, R15와 R16, R16과 R17, R17과 R18의 쌍으로부터 선택되는 적어도 하나)는 서로 연결하여 방향족 환, 포화 또는 불포화의 탄화수소 환(방향족 환을 제외), 혹은, 유황원자 및/또는 질소원자(헤테로원자)를 포함한 복소 환을 형성할 수 있다..

[0055]

또한, 상기 화학식 (2) 에서 M, m, n, R1, R2, R3, X1, 및 X2의 정의는 화학식 (1)에서 설명한 것과 동일하다.

[0056]

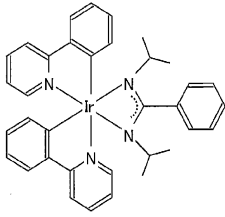
상기 화학식 (2)로 나타내는 신규화합물 중, 더욱 바람직한 것은 1) R11~R18이 서로 독립적으로 수소원자, 할로젠원자, 또는 탄소수 1~5개의 탄화수소기를 나타내고, 또한 2) M이 이리듐이며, 3) m이 2이고 n이 1이며, 또한 4) X1, X2의 쌍방이 질소원자를 나타내는 아미디네이트 구조 혹은 구아니디네이트 구조, 또는 적어도 어느 한쪽이 인원자를 나타내는 포스피디네이트 구조를 가지며, 또한 5) R1 및 R2가 서로 독립적으로 할로겐화될 수 있는 이소부틸기, 이소프로필기 혹은 tert부틸기, 치환기를 가질 수 있는 시클로헥실기, 치환기를 가질 수 있는 아릴기, 또는 에테르기의 어느 한쪽이며, 또한 6) R3이 치환기를 가질 수 있는 페닐기, 디페닐아미노기, 디알릴아미노기, 디에틸아미노기, 디이소부틸아미노기, 디이소프로필아미노기, 디트리에틸실릴아미노기, 카르바졸일기, 플루오레닐기, 또는 이소프로필아미노기인 것이다.

[0057]

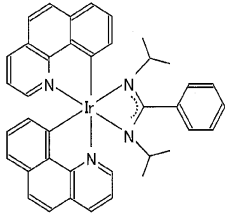
이와 같은 신규화합물로서 특별히 한정되는 것은 아니지만, 구체적으로는 예를 들면, 이하의 화학식 (5)에 기재된 화합물을 들 수 있다. 또한, 화학식 (5)의 (a)에 나타내는 신규화합물 비스(2-페닐피리딘)이리듐(III)(N,N'-디이소프로필벤즈아미딘)을 (ppy)₂Ir(dipba)와, 화학식 (5)의 (b)에 나타내는 신규화합물 비스(7,8-벤조퀴놀리네이트)이리듐(III)(N,N'-디이소프로필벤즈아미딘)을 (bzq)₂Ir(dipba)라 칭한다. (ppy)₂Ir(dipba), (bzq)₂Ir(dipba)는 차례로 시클로메탈화 배위자로서 페닐피리딘, 벤조퀴놀린을 이용한 것이다. 또한, 어느 쪽의 신규화합물도, N,N'-디이소프로필벤즈아미딘(아미디네이트 구조를 갖는 화합물)을 보조 배위자로서 이용한 것이다.

[0058] [화학식 5]

(a)



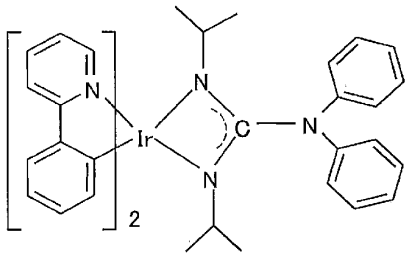
(b)



[0059]

[0060] 이 밖에도 예를 들면 이하의 화학식 (8)~(21)로 나타낸 화합물을 열거할 수 있다.

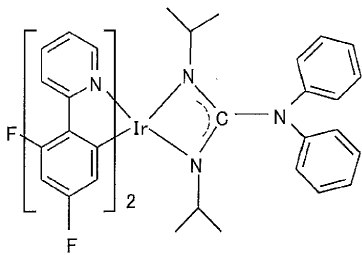
[0061] [화학식 8]



[0062]

[0063] 상기 화학식 (8)로 나타내는 신규화합물 비스(2-페닐피리딘)이리듐(III)(N,N'-디이소프로필-N''-디페닐구아니딘)을 Ir(ppy)₂didpg라 칭한다.

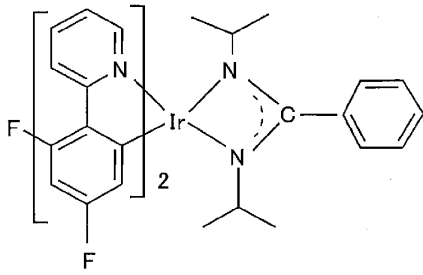
[0064] [화학식 9]



[0065]

[0066] 상기 화학식 (9)로 나타내는 신규화합물 비스(2-(2,4-디플루오로페닐)피리딘)이리듐(III)(N,N'-디이소프로필-N''-디페닐구아니딘)을 Ir(dfppy)₂didpg라 칭한다.

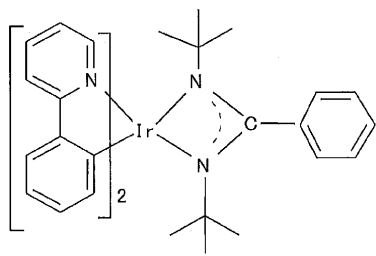
[0067] [화학식 10]



[0068]

[0069] 상기 화학식 (10)을 나타내는 신규화합물 비스(2-(2,4-디플루오로페닐)피리딘)이리듐(III)(N,N'-다이소프로필벤즈아미딘)을 Ir(dfppy)₂dipba라 칭한다.

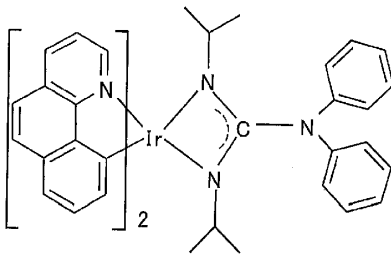
[0070] [화학식 11]



[0071]

[0072] 상기 화학식 (11)로 나타내는 신규화합물 비스(2-페닐피리딘)이리듐(III)(N,N'-디터셔리부틸벤즈아미딘)을 Ir(ppy)₂tbu-ba라 칭한다.

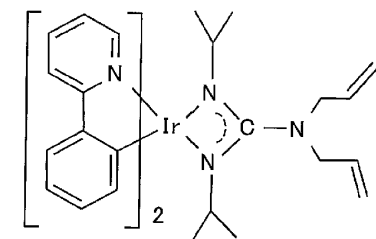
[0073] [화학식 12]



[0074]

[0075] 상기 화학식 (12)로 나타내는 신규화합물 비스(7,8-벤조퀴놀리네이토)이리듐(III)(N,N'-다이소프로필-N,N'-디페닐구아니딘)을 Ir(bzq)₂dip-dpg라 칭한다.

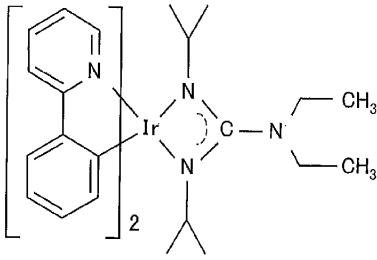
[0076] [화학식 13]



[0077]

[0078] 상기 화학식 (13)으로 나타내는 신규화합물 비스(2-페닐피리딘)이리듐(III)(N,N'-다이소프로필-N,N'-디알릴구아니딘)을 Ir(ppy)₂(dipdg)라 칭한다.

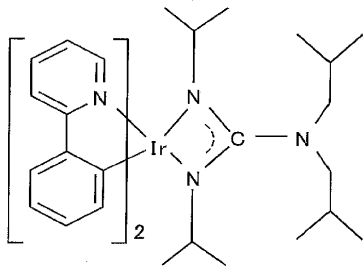
[0079] [화학식 14]



[0080]

[0081] 상기 화학식 (14)로 나타내는 신규화합물 비스(2-페닐피리딘)이리듐(III)(N,N'-다이소프로필-N'',N''-디에틸구아니딘)을 Ir(ppy)₂(dipdeg)라 칭한다.

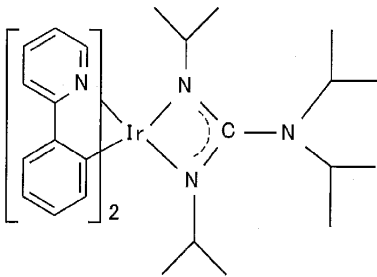
[0082] [화학식 15]



[0083]

[0084] 상기 화학식 (15)로 나타내는 신규화합물 비스(2-페닐피리딘)이리듐(III)(N,N'-다이소프로필-N'',N''-디이소부틸구아니딘)을 Ir(ppy)₂(dipdbg)라 칭한다.

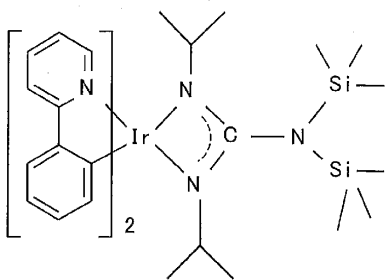
[0085] [화학식 16]



[0086]

[0087] 상기 화학식 (16)으로 나타내는 신규화합물 비스(2-페닐피리딘)이리듐(III)(N,N'-다이소프로필-N'',N''-다이소프로필구아니딘)을 Ir(ppy)₂dipgdip라 칭한다.

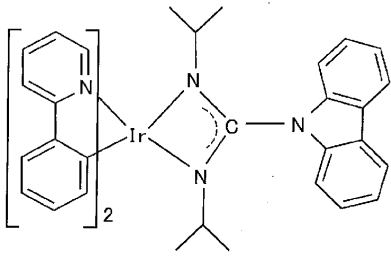
[0088] [화학식 17]



[0089]

[0090] 상기 화학식 (17)로 나타내는 신규화합물 비스(2-페닐피리딘)이리듐(III)(N,N'-다이소프로필-N'',N''-비스(트리메틸실릴)구아니딘)을 Ir(ppy)₂dip-dtmsg라 칭한다.

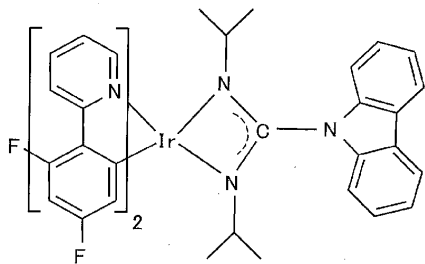
[0091] [화학식 18]



[0092]

[0093] 상기 화학식 (18)로 나타내는 신규화합물 비스(2-페닐피리딘)이리듐(III)(N,N'-다이소프로필카르바졸일아미딘)을 Ir(ppy)₂dip-cbzg라 칭한다.

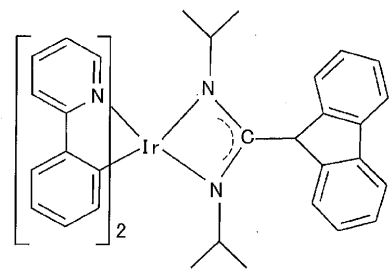
[0094] [화학식 19]



[0095]

[0096] 상기 화학식 (19)로 나타내는 신규화합물 비스(2-(2,4-디플루오로페닐)피리딘)이리듐(III)(N,N'-다이소프로필카르바졸일아미딘)을 Ir(ppy)₂dip-cbzg라 칭한다.

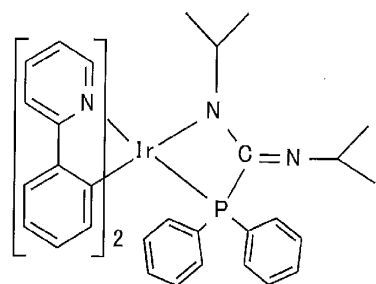
[0097] [화학식 20]



[0098]

[0099] 상기 화학식 (20)으로 나타내는 신규화합물 비스(2-페닐피리딘)이리듐(III)(N,N'-다이소프로필플루오레닐아미딘)을 Ir(ppy)₂dip-fla라 칭한다.

[0100] [화학식 21]



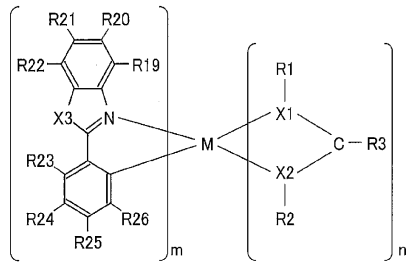
[0101]

[0102] 상기 화학식 (21)로 나타내는 신규화합물 비스(2-페닐피리딘)이리듐(III)(N,N'-다이소프로필디페닐포스피딘)을 Ir(ppy)₂dip-dpp라 칭한다.

[0103] 혹은, 상기 화학식 (1)로 나타내는 본 발명에 따른 신규화합물은 하기의 화학식 (3)으로 나타내는 것이 바람

직하다.

[0104] [화학식 3]



[0105]

[0106]

상기 화학식 (3) 중, R19, R20, R21, R22, R23, R24, R25 및 R26 (이하, R19~26으로 총칭)는 서로 독립적으로 수소원자; 할로겐원자; 또는 탄소수 1~10개의 탄화수소기를 나타낸다. 여기에서, 해당 탄화수소기에 포함되는 탄소수는 바람직하게는 1~5개이다. 또한, 해당 탄화수소기에 포함되는 적어도 하나의 수소원자는 불소, 염소, 브롬, 요오드 등의 할로겐원자로 치환될 수 있다 또한, 해당 탄화수소기가 2개 이상의 탄소원자를 포함하는 경우에 해당 탄소원자의 일부가 유황원자 또는 질소원자의 적어도 한쪽으로 치환될 수 있다. 또한 탄화수소기그룹(더욱 바람직하게는 인접하는 탄화수소기인 R19와 R20, R20과 R21, R21과 R22, R23과 R24, R24와 R25, R25와 R26의 쌍으로부터 선택되는 적어도 하나)는 서로 연결하여 방향족 환, 포화 또는 불포화의 탄화수소 환(방향족 환을 제외), 혹은, 유황원자 및/또는 질소원자(헤테로원자)를 포함한 복소 환을 형성할 수 있다.

[0107]

상기 화학식 (3) 중의 X3은 유황원자 또는 산소원자를 나타낸다.

[0108]

또한, 상기 화학식 (2) 중의 M, m, n, R1, R2, R3, X1, 및 X2의 정의는 화학식 (1)에서 설명한 것과 동일하다.

[0109]

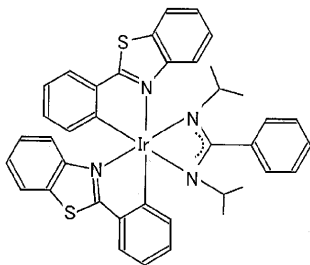
상기 화학식 (3)으로 나타내는 신규화합물 중, 더욱 바람직한 것은 1) R19~R26이 서로 독립적으로 수소원자, 할로겐원자, 또는 탄소수 1~5개의 탄화수소기를 나타내고, 또한 2) M이 이리듐이며, 3) m이 2이고 n이 1이며, 또한 4) X1, X2의 쌍방이 질소원자를 나타내는 아미디네이트 구조를 갖고, 또한 5) R1 및 R2가 서로 독립적으로 할로겐화될 수 있는 이소부틸기 혹은 이소프로필기, 치환기를 가질 수 있는 시클로헥실기, 치환기를 가질 수 있는 아릴기, 또는 에테르기의 어느 한쪽이며, 또한 6) R3이 치환기를 가질 수 있는 페닐기이고, 또한 7) X3이 유황원자를 나타내는 것이다.

[0110]

이와 같은 신규화합물로서 특별히 한정되는 것은 아니지만, 구체적으로는 예를 들면, 하기 화학식 (6)으로 나타낸 화합물을 들 수 있다. 또한, 화학식 (6)으로 나타내는 신규화합물 비스(페닐벤조티오조라이트)이리듐(III)(N,N'-디이소프로필벤즈아미딘)을 (bt)₂Ir(dipba)라 칭한다. (bt)₂Ir(dipba)는 시클로메탈화 배위자로서 페닐벤조티아졸을 이용하고, 보조 배위자로서 N,N'-디이소프로필벤즈아미딘을 이용한 것이다.

[0111]

[화학식 6]



[0112]

[0113]

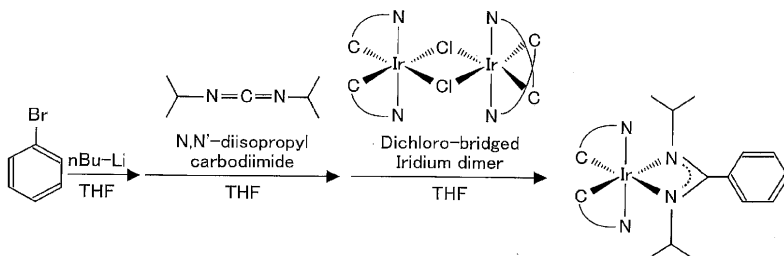
[제조방법]

[0114]

본 발명에 따른 화합물은 상기의 시클로메탈화 배위자를 중심 금속(M)에 배위시켜서 1차 금속 착체를 얻는 공정 (1)과, 이어서 보조 배위자를 해당 1차 금속 착체에 배위시켜서 본 발명에 따른 화합물을 얻는 공정 (2)를 포함하는 방법에 의해 제조된다. 이 방법은 2단계의 배위 형성이라고 하는 간단한 반응이며, 또한 간단한 화학 구조의 보조 배위자를 이용하기 때문에 발광특성이 우수한 화합물을 종래보다 용이하게 합성할 수 있다고 하는 이점이 있다.

- [0115] 상기의 1차 금속 착체를 얻는 공정 (1)은 예를 들면, 중심 금속(M)의 할로겐 화물(금속 염화물 등)과 시클로메탈화 배위자를 양자가 충분히 배위하는 정도의 시간 및 조건으로 공존시키면 좋으며, 예를 들면, M. Nonoyama, Bull. Chem. Soc. Jpn. 1974, 47, 767. 등에 기재된 공지의 방법을 참조해서 실시할 수 있다.
- [0116] 공정 (1)에서는 중심 금속(M)의 할로겐화물 1당량에 대해서 과잉량의 시클로메탈화 배위자를 공존시키면 좋으며, 더욱 구체적으로는 일반식 (1) 중의 m에 해당하는 당량 이상의 시클로메탈화 배위자를 공존시키면 좋다. 예를 들면, 중심 금속(M)이 이리듐인 경우에는, 이리듐의 할로겐화물 1당량에 대해서 2당량 이상, 더욱 바람직하게는 2.5~3당량의 시클로메탈화 배위자를 공존시키면 좋다.
- [0117] 공정 (1)은 중심 금속(M)의 할로겐화물 및 시클로메탈화 배위자에 대해서 반응성을 갖지 않는 용매 중에서 실시할 수 있으며, 이와 같은 용매로서 예를 들면, 2-메톡시에탄올, 테트라히드로푸란(THF), 에톡시에탄올 등을 들 수 있다. 또한, 필요에 따라, 이들 용매와 물을 혼합한 것을 용매로서 사용할 수도 있다. 또한 필요에 따라, 용매의 환류를 실시해도 좋다.
- [0118] 공정 (1)의 반응온도, 반응압력은 상온·상압으로 좋지만, 상기한 용매의 환류를 실시하는 경우 등은, 예를 들면 용매의 증발이 가능한 온도 및 압력하에서 실시할 수 있다.
- [0119] 상기의 공정 (2)는 예를 들면, 공정 (1)에서 얻어진 1차 금속 착체와 보조 배위자를 양자가 충분히 배위하는 정도의 시간 및 조건으로 공존시키면 좋다. 또한, 보조 배위자는 화학식 (1) 중, R1-X1-C(R3)-X2-R2로 나타내지는 배위자를 가리키며, 시판품을 구입하는, 또는 공지의 합성방법을 참조한 합성에 의해서 용이하게 입수 가능하다.
- [0120] 공정 (2)에서는 중심 금속(M)의 할로겐화물 1당량에 대해서 과잉량의 보조 배위자를 공존시키면 좋으며, 더욱 구체적으로는 화학식 (1) 중의 n에 해당하는 당량 이상의 보조 배위자를 공존시키면 좋다. 예를 들면, 중심 금속(M)이 이리듐인 경우에는 해당 이리듐 1당량에 대해서, 1당량 이상, 더욱 바람직하게는 1.5~2당량의 보조 배위자를 공존시키면 좋다.
- [0121] 공정 (2)는 중심 금속(M)의 할로겐화물 및 보조 배위자에 대해서 반응성을 갖지 않는 용매 중에서 실시할 수 있으며, 이와 같은 용매로서 예를 들면, 2-메톡시에탄올, 테트라히드로푸란, 에톡시에탄올 등을 들 수 있다. 또한, 필요에 따라, 이들 용매와 물을 혼합한 것을 용매로서 사용할 수도 있다. 또한 필요에 따라, 용매의 환류를 실시할 수 있다.
- [0122] 공정 (2)의 반응온도, 반응압력은 상온·상압으로 좋지만, 상기한 용매의 환류를 실시하는 경우 등은, 예를 들면 용매의 증발이 가능한 온도 및 압력하에서 실시할 수 있다. 또한, 생성물의 산화를 방지하기 위해 공정 (2)는 아르곤 등의 불활성 가스의 분위기하에서 실시하는 것이 바람직하다.
- [0123] 또, 공정 (1) 및 (2)에 부가하여 반응생성물을 정제하는 공정, 그 외의 공정을 적절히 포함할 수도 있다.
- [0124] 중심 금속(M)이 이리듐이며, 보조 배위자로서 N,N'-디이소프로필벤즈아미딘을 사용한 경우의 합성 도식의 개략을 일례로서 이하의 화학식 (7)에 나타낸다. 또한, 이 합성 도식의 이해를 위해 후술하는 실시예의 기재도 참조할 수 있다.

[0125] [화학식 7]



- [0126]
- [0127] [신규 화합물의 용도]

[0128] 본 발명에 따른 신규화합물의 용도의 일례로서 유기발광소자 (OLEDs: Organic Light-Emitting Devices)의 발광 재료를 들 수 있다. 또한, 발광하는 성질을 이용한 검출마커로서의 용도도 생각할 수 있다. 해당 신규화합물은 예를 들면, 1) 보조 배위자 중의 X1 및 X2가 갖는 고립 전자쌍에 의해 잠재적인 정공수송능을 갖는다고 생각되는 점, 2) 보조 배위자에 의한 입체제어에 의해 신규화합물 내 혹은 신규화합물 사이에 있어서의 발광부위(시

클로메탈화 배위자)끼리의 상호작용이 저감된다고 생각되는 점 등의 발광재료로서 유리한 특징을 구비한다.

- [0129] 또한, 후술의 실시예에서도 나타내는 바와 같이, 1) 전압인가에 의해 실온하에서도 실용상 충분한 인광을 발광하는 것, 2) 해당 인광의 발광수명이 매우 짧고, 자기 소광이 최저한으로 억제되는 것, 3) 비교적 저전압의 인가로 발광하는 것(발광효율이 좋은 것), 4) 비교적 고밀도 전류하에서도 발광효율이 저하하기 어려워 내구성이 우수한 것 등의 특성을 나타내며, 전압인가에 의한 발광재료로서 특별히 적합하다. 더욱 구체적으로는 유기일렉트로루미네선스(EL)소자 등의 발광재료, 전압인가에 의한 발광의 유무를 지표로 대상물을 검출하는 검출마커 등으로서 특히 적합하다.
- [0130] 유기EL표시패널(유기EL소자의 일례)은 액정표시패널과 비교해서 고속응답으로 동영상 재생에 적합하며, 또한 더욱 박형화가 가능하다고 하는 특징을 갖는다. 그 반면, 전압인가에 의한 발광재료의 열화나, 발광효율 등이 큰 과제로 되어 있다. 특히, 표시패널을 고정밀화하면 각 화소가 작아지므로 실용상 충분한 휘도를 확보하기 위해서 더욱 고전압을 발광재료에 인가할 필요가 발생한다고 하는 문제가 있다. 그래서, 본 발명에 따른 신규화합물을 발광재료로서 이용하면, 예를 들면, 제품수명이 길고, 발광효율이 우수하며 저소비 전력으로, 또한 고정밀(예를 들면 VGA 이상)인 유기EL표시패널의 제공이 가능하게 된다.
- [0131] 본 발명은 추가로 한 쌍의 전극과, 이 전극 사이에 배치된 발광재료를 포함하는 발광층을 포함하며, 여기서 해당 발광층이 본 발명에 관련되는 화합물을 포함해서 이루어지는 발광소자(유기EL소자)를 제공한다. 이하, 유기EL소자에 대해 구체적으로 설명한다.
- [0132] 상기 유기EL소자에 있어서의 전극은, 플러스극과 마이너스극을 적어도 포함해서 이루어진다. 플러스극은 특별히 한정되지 않지만, 통상, 발광층의 빛을 밖으로 꺼내기 위해서 ITO(Indium-Tin Oxide) 등의 투명전극이 이용된다.
- [0133] 상기 마이너스극은 특별히 한정되지 않지만, 예를 들면, 알루미늄전극을 이용할 수 있다. 상기 플러스극 및 마이너스극의 두께는 특별히 한정되지 않지만, 예를 들면, 50nm 이상 400nm 이하, 바람직하게는 100nm 이상 300nm 이하의 범위 내이다. 상기 플러스극 및 마이너스극의 저항값은 예를 들면 5 ω 이상 50 ω 이하, 바람직하게는 10 ω 이상 30 ω 이하의 범위 내이다.
- [0134] 상기 발광층은 발광재료로서 본 발명에 따른 화합물을 포함해서 이루어진다. 해당 발광층은 증착법, 캐스트 필름법 등, 박막을 형성하기 위한 공지의 방법으로 형성할 수 있으며, 그 중에서도 증착법이 바람직하다. 발광층의 두께는 특별히 한정되지 않지만, 예를 들면, 20nm 이상 40nm 이하, 바람직하게는 30nm 이상 40nm 이하의 범위 내이다.
- [0135] 상기 발광층은 발광재료로서 본 발명에 따른 화합물만을 포함해도 좋으며, 발광재료로서 다른 화합물을 추가로 포함할 수 있다. 예를 들면, 본 발명에 따른 화합물을 발광 도펀트로 하고, 발광 호스트 중에 도프하는 구성이라도 좋다.
- [0136] 본 발명에 따른 화합물을 발광 도펀트로 할 경우, 발광 도펀트와 발광 호스트의 함유비는 소망하는 발광특성에 따라 적절히 설정하면 좋다. 특별히 한정되지 않지만, 발광재료에 차지하는 발광 도펀트의 비율을 10중량% 이상 80중량% 이하의 범위 내로 하는 것이 바람직하고, 20중량% 이상 40중량% 이하의 범위 내로 하는 것이 더욱 바람직하다. 또한, 발광 호스트로서는 4,4"-N,N"-디카르바졸비페닐(CBP) 등의 공지의 것을 적절히 이용하면 좋다.
- [0137] 본 발명의 화합물(발광 도펀트)을 발광 호스트 중에 도프하는 구성을 취하면, 발광 호스트의 종류 또는 도프량에 따라 발광특성(발광과장 등)을 적절히 변경할 수 있다.
- [0138] 한편, 본 발명에 따른 화합물만을 발광재료로서 이용할 경우에는, 1) 발광층의 형성이 용이하고, 또한 2) 발광 도펀트와 발광 호스트의 상 분리의 문제가 발생하지 않는(즉 품질 열화의 우려가 저감되는)다는 이점이 있다. 또한, 실시예도 참조되도록, 비도프형 OLEDs는 도프형 OLEDs에 손색이 없는 특성을 나타낸다. 또한, 발광 호스트에 발광 도펀트를 도프하는 타입의 OLEDs를 도프형 OLEDs라 칭하고, 1종류의 발광재료만으로 이루어지는(도프 구조를 취하지 않는) OLEDs를 비도프형 OLEDs라 칭한다.
- [0139] 또한, 상기의 비도프형 구조를 취할 경우는 본 발명의 화합물에 포함되는 시클로메탈화 배위자의 종류를 변경함으로써 발광특성(발광과장 등)을 적절히 변경할 수 있다. 예를 들면, 실시예에 기재된 (ppy)₂Ir(dipba), (bzq)₂Ir(dipba), (bt)₂Ir(dipba)는 차례로 비도프형 OLEDs로서는 가장 우수한 황색 발광(EL), 오렌지 발광

(EL), 적색 발광(EL)을 나타낸다.

- [0140] 상기 유기EL소자는 발광층에서의 정공 및 전자의 재결합을 촉진하기 위해 필요에 따라 공지 재료로 이루어지는 정공주입층, 정공수송층, 정공저지층, 전자수송층, 전자주입층 등을 추가로 포함해도 좋다. 유기EL소자가 이들의 층을 모두 포함할 경우, 기관/전극(플러스극)/ 정공주입층/ 정공수송층/ 발광층/ 정공저지층/ 전자수송층/ 전자주입층/ 전극(마이너스극)의 차례로 적층된다.
- [0141] 본 발명은 상술한 실시형태에 한정되는 것이 아니고, 청구항에 나타난 범위에서 여러 가지의 변경이 가능하다. 즉, 청구항에 나타난 범위에서 적절히 변경한 기술적 수단을 조합하여 얻어지는 실시형태에 대해서도 본 발명의 기술적 범위에 포함된다.
- [0142] **실시에**
- [0143] 다음에, 실시예에 의해 본 발명을 구체적으로 설명하지만, 본 발명은 이것에 한정되지 않는다.
- [0144] [실시에 1:((ppy)₂Ir(dipba) 및 (bzq)₂Ir(dipba)의 합성, 그 구조의 해석]
- [0145] (합성반응 전반에 대해서)
- [0146] 특별히 언급하지 않는 한, 시판의 재료는 정제하지 않고 그대로 사용했다. 세정 또는 합성시의 용매로서 이용하는 헥산은 질소분위기하에서 나트륨과 벤조페논을 공존시켜 무수헥산을 증류하여 얻은 것을 이용했다. 합성 반응에 이용하는 유리제 기구, 시린지(syringe) 및 자성 교반봉 등은 대류식 오븐 속에서 4시간 이상 건조시켰다.
- [0147] 합성반응의 모니터링은 박층 크로마토그래피(TLC)를 이용하여 실시했다. 구체적으로는 시판의 TLC플레이트(Silica gel 60 F254, 머크사)를 이용하고, 파장 254nm 및 365nm의 자외광(紫外光)의 아래에서 스폿을 관찰했다. 합성반응에 의해 얻어진 이리듐 착체의 정제는 실리카 겔 60G(silica gel 60G, 입경 5~40μm, 머크사)를 충전한 실리카 컬럼 크로마토그래피를 이용하여 실시했다.
- [0148] (시클로메탈화 Ir(III) μ-염화물 가교 전구 물질의 합성)
- [0149] 일반식 CⁿN₂Ir(μ-Cl)₂IrCⁿN₂로 나타내는 시클로메탈화 Ir(III) μ-염화물 가교 이량체(1차 금속 착체)는 Nonoyama 등의 방법(M.Nonoyama, Bull. Chem. Soc. Jpn. 1974, 47, 767.을 참조)을 개량한 방법에 따라 합성했다.
- [0150] 구체적으로는, 2-메톡시에탄올과 물을 3:1의 비율로 포함하는 용매 속에서 IrCl₃·nH₂O(7mmol, 2.5g)와 2.5당량의 시클로메탈화 배위자(2.8g의 페닐피리딘, 또는 3.2g의 벤조퀴노린)를 공존시켜서 6~7시간 또는 24시간 환류했다. 이어서 반응혼합물을 실온까지 냉각한 후에 가수하고, 반응생성물을 침강시켰다.
- [0151] 이어서 침강물(반응생성물)을 포함하는 반응혼합물을 뷰흐너 깔때기(buchner funnel)로 여과했다. 이어서 여과로 얻어진 잔류물을 헥산과 에틸에테르로 수회 세정하여 조정제물(粗精製物)을 얻었다. 페닐피리딘 배위자를 포함하는 μ-염화물 가교 이량체의 수율은 85%, 벤조퀴노린 배위자를 포함하는 μ-염화물 가교 이량체의 수율은 82% 또는 80%였다.
- [0152] ((ppy)₂Ir(dipba) 및 (bzq)₂Ir(dipba)의 합성)
- [0153] 용적 50ml의 플라스크에 헥산 용매(10ml)를 넣고, 해당 용매 속에서 1-브로모벤젠(65mg, 0.4mmol)와 2.6mol/l의 n-BuLi를 공존시켜서 약 1시간 교반하고, 1-브로모벤젠의 리튬화를 실시했다. 이어서 얻어진 페닐리튬을 N,N'-디이소프로필카르보디이미드(50mg, 0.4mmol) 속에 적하(滴下)했다. 적하 중은 용액을 재빠르게 30분 이상 교반하여 무색 투명의 용액을 얻었다. 해당 용액에는 반응생성물로서 리튬 N,N'-디이소프로필벤즈아미디네이트(보조 배위자)가 포함된다.
- [0154] 용적 50ml의 다른 플라스크에 상기의 대응하는 μ-염화물 가교 이량체인 테트라키스(2-페닐피리딘-C², N') (μ-디클로로)-디이리듐, 또는 테트라키스(7,8-벤조퀴노리네이트(C², N') (μ-디클로로)-디이리듐을 취하고, 여기에 상기에서 얻어진 무색 투명의 용액을 적하하여 80℃로 8시간, 아르곤분위기하에서 반응시켰다. 또한, μ-염화물 가교 이량체의 사용량은 어느 것이나 0.2mmol이며, 페닐피리딘을 포함하는 가교 이량체에서는 220mg에, 벤조퀴노린을 포함하는 가교 이량체에서는 230mg에 상당한다.
- [0155] 이어서 반응물을 실온까지 냉각한 후, 감압하에서 용매를 증발시켰다. 그 후, 가열한 디에틸에테르로 반응잔류

물을 3회 세정하고, 본 발명에 따른 신규 이리듐 착체 (ppy)₂Ir(dipba)와 (bzq)₂Ir(dipba)를 각각 74%, 68%의 수율로 얻었다. 또한, 얻어진 신규 이리듐 착체를 질량 분석 및 NMR 분석하고, 목적물인 것을 확인했다. 이하에 분석의 결과를 나타낸다.

[0156] (ppy)₂Ir(dipba):

[0157] MS: m/z 705(M⁺). Anal. Calcd for C₃₅H₃₆IrN₄: C, 59.64; H, 5.15; N, 7.95 Found: C, 59.76; H, 5.09; N, 7.88. ¹H NMR(300MHz, CDCl₃, δ): 9.36(d, J=5.70, 2H), 7.87(d, J=8.1Hz, 2H), 7.72(t, J=7.2Hz, 2H), 7.56(d, J=8.1, 2H), 7.39(t, J=7.2Hz, 2H), 7.26-7.20(m, 5H), 6.77(t, J=7.2Hz, 2H), 6.66(t, J=7.2Hz, 2H), 6.36(d, J=7.8Hz, 2H), 3.24-3.16(m, 2H), 0.67(d, J=6.3, 2H), -0.09(d, J=6.3, 2H); ¹³C NMR(CDCl₃, δ): 24.39, 24.66, 47.94, 117.83, 119.29, 121.13, 123.51, 127.90, 128.16, 128.86, 131.98, 135.24, 137.07, 144.11, 150.92, 156.05, 169.75, 174.63.

[0158] (bzq)₂Ir(dipba):

[0159] MS: m/z 753(M⁺). Anal. Calcd for C₃₉H₃₆IrN₄: C, 62.21; H, 4.82; N, 7.44. Found: C, 62.12; H, 4.78; N, 7.55. ¹H NMR(300MHz, CDCl₃, δ): 9.63(d, J=5.10, 2H), 8.19(d, J=8.1Hz, 2H), 7.74(d, J=9.0Hz, 2H), 7.62(t, J=7.2, 2H), 7.60(d, J=9.0Hz, 2H), 7.44-7.33(m, 5H), 7.30(d, J=8.1Hz, 2H), 6.91(t, J=7.2 Hz, 2H), 6.38(d, J=7.2Hz, 2H), 3.23-3.16(m, 2H), 0.65(d, J=6.0Hz, 2H), -0.47(d, J=6.0Hz, 2H); ¹³C NMR(CDCl₃, δ): 24.04, 24.86, 48.05, 117.01, 120.50, 122.89, 126.01, 128.01, 128.19, 128.62, 129.07, 129.37, 133.76, 134.30, 136.92, 142.04, 149.74, 152.54, 159.66, 175.13.

[0160] (단결정 X선 회절 분석)

[0161] X선 구조 해석에 적합한 (ppy)₂Ir(dipba) 및 (bzq)₂Ir(dipba)의 단결정을 얻고, 그 구조를 단결정 X선 회절 분석에 의해 확인했다. X선 회절 데이터는 R-Axis Rapid diffractometer(Mo Kα radiation, graphite monochromator)(주식회사 리가쿠제의 상품명)를 이용하여 ψ 회전 스캔 모드로 취득했다. 구조 결정은 SHELXTL 5.01v를 이용한 직접법으로 실시한 후에, F₂에 대한 플 매트릭스 최소 이승법에 의해 정밀화했다.

[0162] 도 1의 (a)는 (ppy)₂Ir(dipba)의 결정 패킹(crystal packing)을, 도 1의 (b)는 (bzq)₂Ir(dipba)의 결정 패킹을 설명하는 개략도이다. 아미디네이트(보조 배위자)에 의해 입체 제어가 이루어지기 때문에 이들 2종류의 이리듐 착체는 어느 것이나 고상 상태에서 분자간 상호작용을 무시할 수 있을 정도이다.

[0163] 즉, 도 1의 (a), (b)에 나타내는 바와 같이, (bzq)₂Ir(dipba)의 결정에서는 인접분자의 벤조퀴노린 방향족 환끼리에 약간의 중복밖에 보이지 않고, 이들 인접하는 방향족 환끼리의 평면간 거리는 약 3.3Å이다. 한편, (ppy)₂Ir(dipba)의 결정에서는 인접분자의 페닐피리딘 배위자간에 중복은 볼 수 없다. 또, (ppy)₂Ir(dipba)에서는 인접분자의 페닐피리딘 평면간의 수직거리는 3.9Å이며, (bzq)₂Ir(dipba)의 경우와 비교해서 더욱 길다. 어느 것의 이리듐 착체도 인접분자간에 작용하는 상호작용에 의해 불소망인 3중항-3중항 붕괴가 회피 또는 저감되는 경향이 있으며, 특히 고상 상태의 (ppy)₂Ir(dipba)에서는 그 경향이 강하게 나타난다. 이 점에 대해서는 후술한다.

[0164] [실시에 2:(ppy)₂Ir(dipba) 및 (bzq)₂Ir(dipba)에 있어서의 흡수, 포토루미네선스(PL) 및 전기화학적 측정]

[0165] (흡수, PL 및 전기화학적 측정의 방법)

[0166] (1) 전기화학적 측정

[0167] 전기화학적 측정은 BAS 100W Bioanalytical electrochemical work station (Bioanalytical Systems Inc, 미국)을 이용하여 실시했다. 더욱 구체적으로는 백금봉을 동작 전극(working electrode)에, 백금선을 보조 전극(auxiliary electrode)에 채용하고, 참조 전극으로서 다공질 유리를 심(芯)으로 한 Ag/Ag⁺전극을 채용하며, 페로센/페로세늄 쌍에 대해서 표준화하고, 스캔 레이트를 100mV/s로하여 순환전압전류법(cyclic voltammetry)에

의해 실시했다. 또한, 이 측정은 전해질인 Bu₄NPF₆을 0.1mol/ℓ의 농도로 포함하는 CH₂Cl₂용매 속에서 실시했다.

[0168] (2) 흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼

[0169] 흡수스펙트럼은 UV-2550 UV-Vis 분광계(주식회사 시마즈제작소제의 상품명)를 이용해서 취득했다. PL스펙트럼은 여기원으로서 크세논 아크 램프를 구비한 LS-55 형광 분광계(필킨엘머(Perkin-Elmer)사제의 상품명)를 이용해서 기록했다. 사용한 용매는 어느 것이나 동결-펌프-융해(freeze-pump-thaw)사이클을 3회 실시하고 탈기했다.

[0170] (3) 발광의 양자수율

[0171] PL의 양자수율은 1mol/ℓ 황산 속의 황산 키니네를 표준(φ=0.546)으로서 측정했다.

[0172] (4) 발광수명

[0173] 저온하에서의 발광수명은 진공 또한 77K의 온도하에서 동결 유리 발광 샘플(frozen glass emission samples)로서 측정했다. 이 동결 유리 발광 샘플은 액체 질소로 채워져서 석영창을 구비한 듀어병(Dewar flask) 속에 농도가 약 10⁻⁵mol/ℓ의 이리듐 착체 용액(용매는 탈기한 에탄올/메탄올(체적비 4:1)혼합물)을 포함한 석영관을 삽입함으로써 준비했다.

[0174] 그 외의 발광수명은 마이크로 세컨드 단위로 Quanta Ray DCR-3 pulsed Nd: YAG 레이저 시스템(펄스출력 355nm, 6ns: Newport사제의 상품명)을 이용해서 측정했다.

[0175] (흡수, PL 및 전기화학적 측정의 결과)

[0176] [표 1]

| | HOMO [eV] | LUMO [eV] | E _g [eV] | E ^{ox} [V] |
|------------------------------|-----------|-----------|---------------------|---------------------|
| NPB | -5.4 | -2.4 | 3.0 | -- |
| CBP | -6.1 | -3.0 | 3.1 | -- |
| (ppy) ₂ Ir(dipba) | -4.8 | -2.5 | 2.3 | 0.2 |
| (bzq) ₂ Ir(dipba) | -4.8 | -2.6 | 2.2 | 0.3 |
| BCP | -6.7 | -3.2 | 3.5 | -- |
| AlQ | -6.0 | -3.3 | 2.7 | -- |

E_g = 환원포텐셜, E^{ox} = 산화포텐셜
 HOMO = 최고점유분자궤도에너지레벨
 LUMO (최저점유분자궤도에너지레벨) = HOMO + E_g

[0177] (1) 전기화학적 측정

[0178] 전기화학적 측정의 결과를 표 1에 나타낸다. 표 1 중에서, 환원포텐셜은 최적인 흡수를 나타내는 온 세트 과장으로부터 추측했다. 또, 참고로 후술하는 실시예 3에서 이용한 재료 NPB, CBP, BCP, ALQ에 관해서 문헌치를 기재했다.

[0180] 또한, CH₂Cl₂용매 속에서는, 환원포텐셜은 -2.7V에서 -3.5V의 사이밖에 측정할 수 없다고 하는 제약이 있었기 때문에 본 발명의 이리듐 착체에 대해서는 산화포텐셜만을 얻었다.

[0181] 산화포텐셜은 (ppy)₂Ir(dipba)가 0.23V, (bzq)₂Ir(dipba)가 0.26V였다. 이들 이리듐 착체는 어느 것이나 acac를 보조 배위자로 한 종래의 착체((ppy)₂Ir(acac) 및 (bzq)₂Ir(acac)), 또는 acac를 보조 배위자로 한 다른 Ir(C^N)₃착체(C^N는 시클로메탈화 배위자)와 비교해서 산화포텐셜이 더욱 낮고, 즉 상대적으로 용이하게 산화되기 쉬운 것을 나타내고 있다(이하의 문헌 참조. S. Jung등, Eur. J. Inorg. Chem. 2004, 17, 3415.; A. B. Tamayo등, J. Am. Chem. Soc. 2003, 125, 7377.; S. Lamansky등, Inorg. Chem. 2001, 40, 1704.). 아미디네이트 배위자는 전자공여능력이 매우 높다고 하는 특성을 가지며, 그 결과, 산화포텐셜이 매우 저하되고 있다고 생각된다.

[0182] 따라서, 이들의 신규 이리듐 착체의 에너지 갭은 매우 작아지며, 해당 착체의 HOMO에너지 레벨(이하 「HOMO」라

칭한다)은 (ppy)₂Ir(acac), (bzq)₂Ir(acac), 또는 acac를 보조 배위자로 한 다른 Ir(C^N)₃착체와 비교해서 더욱 높다. 예를 들면, (ppy)₂Ir(dipba)의 진공상태에서의 HOMO는 -4.78eV이며, (ppy)₂Ir(acac)(HOMO=-5.0eV(문헌치))나 Ir(ppy)₃(HOMO=-5.2eV(문헌치))보다 높다. 즉, 본 발명에 따른 신규 이리듐 착체는 그 아날로그와 비교해서 더욱 우수한 정공수송능력을 갖는 것을 나타낸다.

[0183] (2) 흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼

[0184] 도 2는 탈기한 디클로로 메탄 중 또는 고상 상태에서 관찰한 신규 이리듐 착체의 UV-Vis 흡수스펙트럼과 PL스펙트럼을 나타낸다. 360nm하에 있어서의 강한 흡수밴드는 시클로메탈화 배위자 상에서 스핀이 허용된 π-π*전이 가 관여하고 있다. 저에너지에 있어서의 넓은 흡수밴드는 금속-배위자 전하이동(mCT:metal-ligand charge transfer)에 특유한 것이다. 이들 신규 이리듐 착체는 어느 것이나, 황색 또는 오렌지-적색의 범위에서 강력한 발광(PL)을 나타낸다. 디클로로메탄 중에서의 (ppy)₂Ir(dipba) 및 (bzq)₂Ir(dipba)의 발광은 차례로 543nm, 572nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.

[0185] 한편, 이들 이리듐 착체의 분말상태(고상 상태의 1종류)에서의 발광은 용액상태(즉 디클로로메탄 중)에서의 스펙트럼과 비교해서 레드 시프트했다. 구체적으로는 분말상태에서의 (ppy)₂Ir(dipba) 및 (bzq)₂Ir(dipba)의 발광은 차례로 553nm, 596nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.

[0186] 이 현상에는 발색단이 되는 배위자간의 분자간 상호작용도 관여하고 있다고 생각된다. 상기 레드 시프트의 정도는 (bzq)₂Ir(dipba)가 (ppy)₂Ir(dipba)보다 크지만, 이것은 (bzq)₂Ir(dipba)에서는 이량체 유닛에 약간 π 전자기리의 중복이 존재하는 것과 관계한다고 생각된다.

[0187] (3) 발광의 양자수율

[0188] 인광발광의 양자수율을 가리키는 CH₂Cl₂용액 속에서의 φ_p는 (ppy)₂Ir(dipba)가 0.30이고, (bzq)₂Ir(dipba)가 0.41이었다. 이값은 종래의 이리듐 착체인 Ir(ppy)₃의 φ_p(0.4)에 필적한다.

[0189] 그러나, Ir(ppy)₃은 분말상태에서 거의 PL을 나타내지 않지만, 이 신규 이리듐 착체는 분말상태에서 선명한 황색 또는 오렌지색의 PL을 대기 중에서조차도 나타낸다. 즉, 이들 신규 이리듐 착체는 고상 상태에서 발광의 자기 소광이 거의 일어나지 않는 것을 나타낸다.

[0190] (4) 발광수명

[0191] 인광의 발광수명은 3중항-3중항 붕괴의 중요한 팩터의 하나이다. 인광의 발광수명이 길수록 그 재료는 잠재적으로 더욱 많은 3중항-3중항 붕괴(triplet-triplet annihilation)를 가지는 것이 알려져 있다. 고상 상태에 있어서, (ppy)₂Ir(dipba) 및 (bzq)₂Ir(dipba)의 인광의 발광수명은 차례로 0.14μs, 0.12μs이며, 매우 짧다. 즉, 이들 신규 이리듐 착체는 어느 것이나 매우 높은 인광발광을 나타내며, 상대적으로 발광수명이 짧고, 또한 고상 상태에 있어서도 자기 소광은 매우 약한 것밖에 나타나지 않는 것이 나타내어졌다.

[0192] 그외에, (ppy)₂Ir(dipba) 및 (bzq)₂Ir(dipba)의 저온(77K)하에서의 발광수명은 차례로 0.28, 0.60μs였다. 이값은 (ppy)₂Ir(acac) 및 (bzq)₂Ir(acac)의 발광수명(차례로 3.2, 23.3μs)보다 짧다(S. Lamansky들: Inorg. Chem. 2001, 40, 1704를 참조). 이 결과는 (ppy)₂Ir(dipba)분자간 및 (bzq)₂Ir(dipba)분자간의 발광부위끼리의 상호작용의 저감에 아미디네이트 스페이서가 매우 중요한 역할을 완수하는 것을 시사한다.

[0193] [실시예 3: (ppy)₂Ir(dipba) 또는 (bzq)₂Ir(dipba)를 이용한 OLEDs의 제조, 일렉트로루미네선스(EL)의 측정]

[0194] (비도프형 OLEDs의 제작)

[0195] 본 발명에 따른 이리듐 착체의 발광특성을 이해하기 위해 이들 착체를 이용한 비도프형 OLEDs(여기에서는 다이오드) I 및 III을 제조했다. 우선, 일면이 ITO(플러스극이 되는)로 피복된 유리기관(시트저항: 20Ω/cm²)을 에탄올, 아세톤 및 세정제로 초음파 세정했다. 이어서, ITO의 막 위에 유기물 재료인 N, N'-디페닐-N,N'-비스(1-나프틸)-1,1'-디페닐-4,4'-디아민(NPB), 이리듐 착체(OLEDsI는 (ppy)₂Ir(dipba), OLEDsIII은 (bzq)₂Ir(dipba)), 2,9-디메틸-4,7-디페닐-1,10-페난트로린(phenanthroline: BCP), 트리스(8-히드록시 퀴놀린)알루미늄(AIQ)을 이 차례로 약 3.5×10⁻⁴Pa의 압력하, 1.0Å/s의 레이트로 열증착했다. NPB, 이리듐 착체,

BCP, AIQ 각각의 막 두께는 차례로 30nm, 35nm, 10nm, 25nm이다.

- [0196] 계속해서 AIQ의 막 위에 두께 0.5nm의 불화 리튬(LiF)층을 0.2Å/s의 레이트로 진공 증착했다. 마지막으로 알루미늄 전극(마이너스극이 되는)을 다른 진공챔버 내에서 10Å/s의 레이트로 진공 증착하고, 다이오드를 제작했다.
- [0197] 상기 다이오드의 액티브 영역의 크기는, 2×3mm²였다. 또한, 상기 NPB층은 정공수송층으로서, 이리듐 착체층은 발광층으로서, BCP층은 정공저지층으로서, ALQ층은 전자수송층으로서, LiF층은 전자주입층으로서 기능하고 있다. 이들 재료의 화학 구조와 OLEDs의 구조를 도 3에 나타낸다.
- [0198] (도프형 OLEDs의 제작)
- [0199] 한편, 본 발명에 따른 이리듐 착체를 발광 도펀트로 하고, 발광 호스트인 CBP에 도프하여 도프형 OLEDs II 및 IV를 제조했다. 도프형 OLEDs II 및 IV의 발광층의 두께는 모두 35nm이며, 차례로, 발광 도펀트로서 (ppy)₂Ir(dipba), (bzq)₂Ir(dipba)를 포함한다. 어느 경우든 발광 도펀트와 발광 호스트의 함유비는 7중량%:93중량%이다. 또한, 이 발광층은 약 3.5×10⁻⁴Pa의 압력하, 1.0Å/s의 레이트로 재료를 열증착하여 제작했다. 또, 발광층 이외의 각층의 구성 및 제작방법은 상기 비도프형 OLEDs I 및 III과 공통이다.
- [0200] (OLEDs I~IV의 일렉트로루미네선스(EL)의 측정)
- [0201] 제작된 OLEDs I~IV의 EL스펙트럼, 휘도-전류밀도-전압특성은 실온에 있어서, Spectrascan PR-650 분광광도계(PHOTO REASERCH사제의 상품명)와 컴퓨터제어 직류전류전원 Keithley model 2400 전압전류원(computer-controlled direct-current power supply Keithley model 2400 voltage-current source)의 조합을 이용해서 측정했다.
- [0202] (결과)
- [0203] OLEDs I~IV는 어느 것이나 인가한 구동전압(3V~16V)에 관계없이 황색 또는 오렌지의 발광을 나타냈다.
- [0204] 도 4는 6V의 구동전압을 인가했을 때의 OLEDs I~IV의 EL스펙트럼을 나타낸다. 발광층이 이리듐 착체만으로 이루어지는 OLEDs I·III은 차례로 황색, 오렌지색의 빛을 발광하고, 발광피크는 차례로 552nm, 596nm였다. 이것은 고상 상태에서의 이리듐 착체의 PL스펙트럼에 가깝고(도 2 참조), OLEDs의 제작·그의 구동에 있어서 이리듐 착체의 화학변화는 일어나지 않은 것을 나타낸다. 또, 6V의 구동전압을 인가했을 때의 OLEDs I·III의 CIE색도 좌표(x, y)는 차례로 (0.44, 0.55), (0.58, 0.42)이다.
- [0205] 도프형 OLEDs II·IV의 EL스펙트럼의 극대는 차례로 544nm, 572nm이며, 비도프형 OLEDs I·III와 비교해서 블루 시프트했다. 이것은, 발광 도펀트를 발광 호스트기체에 도입한 것으로, 발광 도펀트가 국재화(localized)한 효과라고 생각된다. 분광 학적인 특징에서는 CIE색도 좌표가 OLEDs II에서는 (0.40, 0.58)에, OLEDs IV에서는 (0.51, 0.47)에 시프트했다. OLEDs I~IV에서는 어느 것이나 NPB, CBP, ALQ로부터의 특징적인 발광은 볼 수 없었다. 즉, OLEDs I~IV의 발광이 오로지 이리듐 착체의 3중항 여기 상태에 유래하는 것을 시사하고 있다.
- [0206] 도 5는 OLEDs I~IV의 휘도-전압특성의 측정결과를 나타낸다. 도프형 OLEDs II 및 IV와 비교하여 비도프형 OLEDs I 및 III의 구동전압은 더욱 낮아진다. 구체적으로는 OLEDs I 및 III에서는 1cd/m²의 발광휘도를 실현하기 위해서 2.4V 이하의 턴온 전압의 인가로 충분하고, 그 EL강도는 개시 전압(onset voltage) 부여 후, 급속히 상승한다. 즉, 저인가 전압으로 고발광이 가능하기 때문에 발광효율이 우수하다.
- [0207] OLEDs I는 3.2V의 전압인가에 의해 100cd/m²의 휘도에 도달하고, OLEDs III은 3.7V의 전압인가에 의해 100cd/m²의 휘도에 도달한다. 이것은 저과워 구동의 표시 디바이스에 필요하게 되는 전형적인 조건을 만족시킨다.
- [0208] OLEDs I 및 III은 어느 것이나 8.0V의 전압인가로 피크 휘도에 도달한다. OLEDs I 및 III의 피크 휘도는 각각, 45770cd/m², 15240cd/m²이다. 한편, OLEDs II 및 IV에서는 해당 피크 휘도와 동등한 휘도를 실현하기 위해서 더욱 고전압(각각, 14.5V, 11.5V)의 인가를 필요로 한다.
- [0209] OLEDs I 및 III에서 구동전압이 더욱 낮아지는 이유의 하나로서, (ppy)₂Ir(dipba) 및 (bzq)₂Ir(dipba)의 Eg가 좁은 것을 생각할 수 있다(표 1 참조). (ppy)₂Ir(dipba) 및 (bzq)₂Ir(dipba)의 HOMO레벨은 CBP보다 높고, 이것은 NPB로부터 이리듐 착체에 직접, 정공주입을 실시하는(OLEDs I 및 III의 형태) 것이 NPB로부터 CBP에 정공주입을 실시하는(OLEDs II 및 IV의 형태) 것보다 에너지적으로 더욱 바람직한 것을 시사한다. 즉, 정공수송층을 구성하

는 NPB와 이리듐 착체의 사이에 직접, 정공수송하는 것이 발광체에서의 효율적인 정공-전자수송에 중요하다.

- [0210] 도 6은 OLEDsI~IV의 전류밀도-발광효율의 관계를 나타낸다. 모든 OLEDs는 우수한 EL특성을 나타내지만, 특히 OLEDsI 및 III이 더욱 우수하다. OLEDsI 및 III의 최대 파워 효율은 각각, 32.5lm/W, 14.8lm/W이다. 또, 비도프형의 OLEDsI 및 III은 모든 전류밀도의 범위 내에서 대응하는 도프형의 OLEDs와 비교하여 더욱 높은 파워 효율을 나타낸다.
- [0211] OLEDsI 및 III은 발명자들이 아는 한에 있어서, 비도프형 OLEDs로서 최고의 효율을 나타낸다(다음 문헌 참조. (1) Y. Wang들: Appl. Phys. Lett. 2001, 79, 449-451., (2) R. J. Holmes들: Appl. Phys. Lett 2003, 83, 3818-3820., (3) Y. H. Song들: Adv. Func. Mater. 2004, 14, 1221-1226., (4) Z. W. Liu들: Adv. Func. Mater. 2006, 16, 1441-1448.).
- [0212] 또한 OLEDsI의 파워 효율(최대 32.5lm/W)은 지금까지 보고된 Ir(ppy)₃ 또는 (ppy)₂Ir(acac)를 도프한 OLEDs 중에서 최고의 효율을 나타내는 것에조차 필적한다(다음 문헌 참조. (1) Baldo, M. A.들: Appl. Phys. Lett. 1999, 75, 4-6., (2) Adachi들: J. Appl. Phys. 2001, 90, 5048-5051., (3) Lamansky, S.들: J. Am. Chem. Soc. 2001, 123, 4304-4312., (4) Nazeeruddin, M. K.들: J. Am. Chem. Soc. 2003, 125, 8790-8797.). 또한, OLEDsI의 파워 효율은 전류밀도가 10mA/cm²~100mA/cm²의 범위 내에 있어서 항상 10lm/W를 넘은 값을 유지한다고 하는 우수한 특성을 나타낸다.
- [0213] 또한 광범위한 전류 밀도(0.1mA/cm²~100mA/cm²)와 휘도(OLEDsI에서는 20~20000cd/m², OLEDsIII에서는 20~10000cd/m²)에 있어서, OLEDsI 및 III의 발광효율의 저하는 비교적 적다. 구체적으로는 OLEDsI에서는 20cd/A를 넘고, OLEDsIII에서는 10cd/A를 넘고 있으며, 어느 것이나 매우 높은 레벨을 유지한다.
- [0214] 고전류밀도 및 고휘도하에서 발광효율의 저하가 완만한 것은 OLEDsI 및 III이 매우 내구성이 우수한 것을 시사하고 있으며, 그 이유는 1) 안정된 전하-캐리어 밸런스와 발광층 내에서 발생한 3중항 여기자의 효율적인 억제 효과 및 2) 이리듐 착체에 도입된 아미디네이트(보조 배위자)에 의해 이미터(발광체)의 중심끼리가 격리된 것으로 3중항-3중항 붕괴의 효율이 저하했던 것에 전가한다고 생각된다.
- [0215] 이 우수한 EL성능에 의해 이들 2종류의 신규 이리듐 착체는, 예를 들면 액티브 매트릭스 디스플레이나 일루미네이션 시스템 등의 이미터로서 이용할 수 있다.
- [0216] 또한, 본 발명에 관련되는 상기 비도프형 OLEDsI 및 III의 파워 효율은, 1mA/cm²를 넘는 전류밀도에서는 대응하는 도프형 OLEDsII 및 IV와 동등한 고레벨을 유지했다(도 6 참조).
- [0217] OLEDsI 및 III의 파워 효율이 우수한 이유의 하나로, 그 구동전압이 매우 낮은 점을 들 수 있다. 덧붙여서, 본 발명에 관련되는 신규 이리듐 착체를 단독으로 이미터로서 이용하면, 우수한 정공수송능력과 억제된 자기 소광 특성을 나타내는 점을 들 수 있다. 또한 어느 것의 이리듐 착체도 3중항 상태의 수명이 매우 짧고, 이것은 고효율인 OLEDs의 제조에 유리한 특징점이 된다.
- [0218] [실시예 4: (bt)₂Ir(dipba)의 합성, 그 구조의 해석]
- [0219] 합성반응 전반에 대해서는 상기 실시예 1에서의 설명을 준용할 수 있다.
- [0220] (시클로메탈화 Ir(III) μ-염화물 가교 전구 물질의 합성)
- [0221] 시클로메탈화 Ir(III) μ-염화물 가교 이량체(1차 금속 착체)인 [(bt)₂Ir(μ-Cl)]₂는 상술의 Nonoyama들의 방법을 개량한 방법에 따라 합성했다.
- [0222] 구체적으로는 2-메톡시 에탄올과 물을 3:1의 비율로 포함하는 용매 중에서 IrCl₃·nH₂O(7mmol, 2.5g)와 2.5당량의 시클로메탈화 배위자(3.8g의 페닐-2-벤조티오조라이트)를 공존시키고 6~7시간 환류했다. 이어서, 반응혼합물을 실온까지 냉각한 후에 가수하고, 반응생성물을 침강시켰다.
- [0223] 이어서, 침강물(반응생성물)을 포함하는 반응혼합물을 뷰흐너 깔때기(buchner funnel)로 여과했다. 이어서, 여과로 얻어진 잔류물을 헥산과 에틸에테르로 수회 세정해서 조정제물을 얻었다. [(bt)₂Ir(μ-Cl)]₂의 수율은 95%였다.
- [0224] ((bt)₂Ir(dipba)의 합성)

[0225] 용적 50ml의 플라스크에 헥산 용매(10ml)를 넣고, 해당 용매 속에서 1-브로모벤젠(65mg, 0.4mmol)와 2.6mol/l의 n-BuLi(0.15ml)를 아르곤분위기하에서 공존시켜서 약 1시간 교반하고, 1-브로모벤젠의 리튬화를 실시했다. 이어서, 얻어진 페닐리튬을, N,N'-디이소프로필카르보디이미드(50mg, 0.4mmol) 속에 적하했다. 적하 중은 용액을 재빠르게 30분 이상 교반하여 무색 투명의 용액을 얻었다. 해당 용액에는 반응생성물로서 리튬 N,N'-디이소프로필벤즈아미디네이트(보조 배위자)가 포함된다.

[0226] 용적 50ml의 다른 플라스크에 상기의 μ -염화물 가교 이량체인 $[(bt)_2Ir(\mu-Cl)]_2$ (0.2mmol, 235mg)를 포함하는 헥산 용매(15ml)를 취하고, 여기에 상기에서 얻어진 무색 투명의 용액을 적하해서 80°C로 8시간 반응시켰다.

[0227] 계속해서 반응물을 실온까지 냉각한 후, 감압하에서 용매를 증발시켰다. 그 후, 디에틸에테르(20ml)로 반응잔류물을 3회 세정하여 본 발명에 따른 신규 이리듐 착체 $(bt)_2Ir(dipba)$ 를 46%의 수율로 얻었다. 또한, 얻어진 신규 이리듐 착체를 질량 분석 및 NMR 분석하고, 목적물인 것을 확인했다. 이하에 분석의 결과를 나타낸다.

[0228] MS: m/z 816(M+). Anal. Calcd for $C_{39}H_{35}IrN_4S_2$: C, 57.40; H, 4.32; N, 6.87. Found: C, 57.47; H, 4.35; N, 6.98. 1H NMR(300MHz, $CDCl_3$) δ 9.20(d, J=8.1Hz, 2H), 7.94(d, J=7.8Hz, 2H), 7.62-7.67(m, 4H), 7.52(t, J=7.8Hz, 2H), 7.29-7.36(m, 3H), 7.18(d, J=6.9Hz, 2H), 6.78(t, J=7.8Hz, 2H), 6.60(t, J=7.5Hz, 2H), 6.47(d, J=7.8Hz, 2H), 3.36(m, 2H), 0.58(d, J=6.3Hz, 6H), -0.17(d, J=6.3Hz, 6H).

[0229] (단결정 X선 회절 분석)

[0230] X선 구조 해석에 적합한 $(bt)_2Ir(dipba)$ 의 단결정을 얻고, 그 구조를 단결정 X선 회절 분석에 의해 확인했다. X선 회절 데이터는 R-AXIS RAPID diffractometer(Mo K α radiation, graphite monochromator)를 이용하여 ψ 회전 스캔 모드로 취득했다. 구조 결정은 SHELXTL5.01v를 이용한 직접법으로 실시한 후에 F^2 에 대한 풀 매트릭스 최소 이승법에 의해 정밀화했다. 수소원자의 위치는 등방적으로 계산하고 정밀화했다.

[0231] 도 7은 $(bt)_2Ir(dipba)$ 의 결정 패키징을 설명하는 개략도이다. 도 7에 나타내는 바와 같이, $(bt)_2Ir(dipba)$ 의 결정에서는 인접분자의 $\pi-\pi$ 끼리에 약간의 중복밖에 보지 못하고, 이들의 인접하는 $\pi-\pi$ 면끼리의 평면간 거리는 약 3.44Å이다. 이와 같이 $(bt)_2Ir(dipba)$ 의 고상 상태에서는 아미디네이트(보조 배위자)간에 있어서의 강력한 분자간 상호작용이 존재하지 않기 때문에 불소망인 자기 소광의 문제가 저감되고 있다.

[0232] [실시에 5: $(bt)_2Ir(dipba)$ 에서의 흡수, 포토루미네선스(PL) 및 전기화학적 측정]

[0233] 전기화학적 측정, 흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼, 및 발광의 양자수율의 측정은 실시에 2와 동일하게 실시했다.

[0234] (흡수, PL 및 전기화학적 측정의 결과)

[0235] [표 2]

| | HOMO [eV] | LUMO [eV] | E_g [eV] | E^{ox} [V] |
|-------------------|-----------|-----------|------------|--------------|
| $(bt)_2Ir(dipba)$ | -4.88 | -2.81 | 2.07 | 0.21 |
| $(bt)_2Ir(acac)$ | -5.32 | -3.09 | 2.23 | 0.61 |

[0236] E_g , E^{ox} , HOMO, LUMO는 표1과 같음

[0237] (1) 전기화학적 측정

[0238] 전기화학적 측정의 결과를 표 2에 나타낸다. 비교 목적을 위해 같은 조건하에서 $(bt)_2Ir(acac)$ 의 데이터도 측정했다.

[0239] 이 신규 이리듐 착체 $(bt)_2Ir(dipba)$ 는 CH_2Cl_2 용매 중에서 1개의 산화과장을 나타내고, 환원과장은 검출되지 않았다.

[0240] LUMO는 어느 쪽의 착체도 서로 동등한 레벨이었다. 그러나 신규 착체 $(bt)_2Ir(dipba)$ 에서는 acac를 보조 배위자로 한 종래의 착체 $(bt)_2Ir(acac)$ 와 비교하여 HOMO가 더욱 높아지고, HOMO-LUMO에너지 갭(E_g)이 더욱 작아져 있다. 즉, $(bt)_2Ir(dipba)$ 의 진공상태에서의 HOMO는 -4.88eV이며, $(bt)_2Ir(acac)$ 의 HOMO(-5.32eV)보다 높다.

또, $(bt)_2Ir(dipba)$ 의 진공상태에서의 에너지 갭은 2.07V이며, $(bt)_2Ir(acac)$ 의 에너지 갭(2.23V)보다 작다. 그러므로, 신규 이리듐 착체 $(bt)_2Ir(dipba)$ 는 포화 적색 발광 영역에 있어서 빛을 발광한다.

[0241] 산화 포텐셜은 0.21V였다. $(bt)_2Ir(acac)$ 에서는 산화포텐셜은 0.61V였다. $(bt)_2Ir(dipba)$ 는 $(bt)_2Ir(acac)$ 와 비교해서 산화 포텐셜이 더욱 낮고, 즉 상대적으로 용이하게 산화되기 쉬운 것을 나타내고 있다. 아미디네이트 배위자는 전자공여능력이 매우 높다고 하는 특성을 가지며, 그 결과, 산화 포텐셜이 매우 저하되고 있다고 생각된다.

[0242] (2) 흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼

[0243] 도 8은 탈기한 디클로로메탄 속에서 관찰한, 신규 이리듐 착체인 $(bt)_2Ir(dipba)$ 의 UV-Vis 흡수스펙트럼을 나타낸다. 360nm하에 있어서의 강한 흡수 밴드는 시클로메탈화 배위자 위에서 스핀이 허용된 $\pi-\pi^*$ 전이와 관련하고 있다. 저에너지에 있어서의 브로드한 흡수 밴드는 금속-배위자 전하 이동(m\lCT)에 특유한 것이다.

[0244] 도 9는 탈기한 디클로로메탄 속 또는 고상필름으로 관찰한, $(bt)_2Ir(dipba)$ 의 PL스펙트럼을 나타낸다. $(bt)_2Ir(dipba)$ 는 디클로로메탄 속 및 고상필름 속 어느 것에 있어서도 적색의 강력한 발광(PL)을 나타낸다. 609-616nm에 있어서 발광의 극대치를 나타내고 있다.

[0245] (3) 발광의 양자수율

[0246] 인광발광의 양자수율을 가리키는 CH_2Cl_2 용액 속에서의 ϕ_p 는 대략 0.10이었다.

[0247] $(bt)_2Ir(dipba)$ 는 깨끗한 박막 상태에 있어서, 선명한 적색(616nm)의 PL을 대기중에서조차도 나타낸다. 즉, 이 신규 이리듐 착체는 고상 상태에서, 발광의 자기 소광이 거의 일어나지 않는 것을 나타낸다.

[0248] [실시예 6: $(bt)_2Ir(dipba)$ 를 이용한 OLEDs의 제조, 일렉트로루미네선스(EL)의 측정]

[0249] (비도프형 OLEDs의 제작)

[0250] 본 발명에 따른 이리듐 착체의 발광특성을 이해하기 위해 $(bt)_2Ir(dipba)$ 를 이용한 비도프형 OLEDs(여기에서는 다이오드)Ⅷ을 제조했다. OLEDsⅧ의 제조방법은 이리듐 착체로서 $(bt)_2Ir(dipba)$ 를 이용한 이외는 상기 실시예 3에 나타내는 비도프형 OLEDs의 제작방법과 같다. 또한, 모든 유기물은 구배 승화에 의해 정제했다.

[0251] 이 다이오드의 액티브 영역의 크기는 $2 \times 3mm^2$ 였다. 상기 NPB층은 정공수송층으로서, 이리듐 착체층은 발광층으로서, BCP층은 정공저지층으로서, ALQ층은 전자수송층으로서, LiF층은 전자주입층으로서 기능하고 있다.

[0252] (도프형 OLEDs의 제작)

[0253] 한편, 본 발명에 따른 이리듐 착체 $(bt)_2Ir(dipba)$ 를 발광 도펀트로 하고, 발광 호스트인 CBP에 도프하여 도프형 OLEDsⅤ, Ⅵ 및 Ⅶ을 제조했다. 구조는 비도프형인 OLEDsⅧ과 같지만, 발광층으로서 7mol%(OLEDsⅤ), 15mol%(OLEDsⅥ), 또는 30mol%(OLEDsⅦ)의 $(bt)_2Ir(dipba)$ 가 도프되어 있는 CBP를 이용하고 있는 점에서 다르다.

[0254] (OLEDsⅤ~Ⅷ의 일렉트로루미네선스(EL)의 측정)

[0255] 제작한 OLEDsⅤ~Ⅷ의 EL스펙트럼, 휘도-전류밀도-전압특성은 상기 실시예 3에서의 측정방법과 똑같은 방법에 의해 측정했다.

[0256] (결과)

[0257] OLEDsⅤ~Ⅷ은 어느 것이나 인가한 구동전압의 여하에 관계없이 밝은 적색의 발광을 나타냈다.

[0258] 도 10은 휘도가 $10000cd/m^2$ 때의 OLEDsⅤ~Ⅷ의 EL스펙트럼을 나타낸다. 또, 이때의 발광 피크 및 CIE색도 좌표를 표 3에 나타낸다. 도펀트의 농도가 낮은 도프형 OLEDsⅤ 및 Ⅵ(각각, 7mol% 및 15mol%)에서는 옐로우색이 강한 적색의 빛을 발광하고, 발광 피크는 각각 608nm 및 610nm였다. 이것에 대해 도펀트의 농도가 높은 도프형 OLEDsⅦ(30mol%)에서는 순수한 적색의 빛을 발광했다. 비도프형인 OLEDsⅧ에서도 거의 같고, 순수한 적색의 빛을 발광했다. 발광 피크는 각각 615nm 및 617nm였다. 게다가 OLEDsⅦ·Ⅷ의 CIE색도 좌표(x, y)는 차례로 (0.64, 0.36), (0.65, 0.35)였다. 이것은 미국 텔레비전 방식 위원회(NTSC)가 요구하고 있는 표준의 적색

(0.67, 0.33)에 매우 가까운 값이다.

[표 3]

| 발광소자 | | V | VI | VII | VIII |
|---------------------------|--------------------------|------------|------------|------------|------------|
| 턴 온 전압(V) | V (V) | 3.3 | 2.7 | 2.5 | 2.5 |
| | [a] | | | | |
| 최대- | L (cd/m ²) | 41060 | 32080 | 30160 | 15701 |
| | [b] | (11) | (10.5) | (9) | (8.5) |
| | LE (cd/A) | 23.1 | 21.4 | 18.1 | 8.4 |
| | [c] | (28, 4) | (186, 4.8) | (227, 3.8) | (171, 4.5) |
| | PE (lm/W) | 18.2 | 18.4 | 18.4 | 6.9 |
| | [c] | (28, 4) | (3, 2.8) | (21, 2.8) | (2, 2.6) |
| | QE (%) | 12 | 12.8 | 15.4 | 7.5 |
| [c] | (28, 4) | (186, 4.8) | (227, 3.8) | (171, 4.5) | |
| L=100 cd/m ² | V (V) | 4.9 | 4.4 | 3.3 | 4.2 |
| | LE (cd/A) | 21.5 | 20.8 | 17.8 | 8.1 |
| | PE (lm/W) | 14.5 | 15.1 | 16.9 | 6 |
| | QE (%) | 11.5 | 12.2 | 15.1 | 7.3 |
| L=10000 cd/m ² | EL λ _{max} (nm) | 608 | 610 | 615 | 617 |
| | CIE | 0.62, 0.38 | 0.63, 0.37 | 0.64, 0.36 | 0.65, 0.35 |

[a] 1cd/m²로 기록

[b] 괄호내의 수치는 대응하는 전압(V)

[c] 괄호내의 수치는 대응하는 EL휘도(cd/m²) 및 전압(V)

[0260]

[0261]

도 11은 OLEDsV~VIII의 외부 양자 효율의 측정결과를 나타낸다. 도 12는 OLEDsV~VIII의 파워 효율의 측정결과를 나타낸다.

[0262]

OLEDsV~VIII은 어느 것이나 1cd/m²의 발광휘도를 실현하기 위해 3.3V 이하의 비교적 낮은 턴 온 전압으로 충분하고, 그 EL강도는 온 전압 부여 후, 급속히 상승한다. 즉, 저전압 인가로 고휘도 발광이 가능하기 때문에 발광 효율이 우수하다.

[0263]

그 중에서도 도프 농도가 30mol%인 OLEDsVII가 가장 우수하며, 턴 온 전압이 2.5V로 충분하고, 9V의 전압인가에 의해 30160cd/m²의 최대휘도에 도달한다. 또한, 3.8V의 전압인가에 의해 15.4%의 최대 외부 양자 효율이 얻어지고, 이때의 휘도는 227cd/m²였다. OLEDsVII에서는 2.8V의 전압인가에 대해 파워 효율이 18.4lm/W에 도달했다. 이것은 발명자들이 아는 한에 있어서, 포화형의 적색의 OLEDs로서 최고의 효율을 나타낸다(다음 문헌 참조. (1) J. P. Duan등: Adv. Mater. 2003, 15, 224., (2) C.-H. Chien등: Adv. Func. Mater. 2008, 18, 1430.)

[0264]

게다가 이들의 OLEDs가 발광층의 도프 농도에 의한 영향을 비교적 받지 않는 점도 주목된다. 예를 들면, OLEDsV(7mol%도프) 및 VI(15mol%도프)에 있어서, EL성능의 감소는 전혀 보이지 않고, 피크 효율 값은 동등의 고레벨을 유지하고 있었다. 구체적으로는 OLEDsV 및 VI의 파워 효율은 각각, 18.2lm/W 및 18.4lm/W이며, 외부 양자 효율은 각각 12% 및 12.8%였다.

[0265]

(bt)₂Ir(dipba)의 농도가 더욱더 증가하면(>30mol%), 효율이 저하하는 결과가 된다. 이것은 고도프 농도의 발광 중심에 있어서의 자기 소광 효과가 증가하기 때문이다. 그럼에도 불구하고, 비도프형인 OLEDsVIII의 퍼포먼스는 주목할 가치가 있다. 즉, 4.2V의 구동전압에 의해 100cd/m²의 충분한 적색 휘도 및 우수한 효율(8.1cd/A의 휘도 효율, 7.3%의 외부 양자 효율, 6lm/W의 파워 효율)이 보기 좋게 얻어진다. OLEDsVIII에 있어서의 피크 효율(8.4cd/A의 최대 휘도 효율, 7.5%의 최대 외부 양자 효율, 6.1lm/W의 최대 파워 효율)은 지금까지 보고되어 있는 비도프형의 저분자 인광발광체로서 최고의 효율이다(다음 문헌 참조. (1) Y. H. Song등: Adv. Func. Mater. 2004, 14, 1221., (2) Z. W. Liu등: Adv. Func. Mater. 2006, 16, 1441., (3) J. Q. Ding등: Wang, Adv. Func. Mater. 2008, 18, 2754.). 비도프형의 OLEDsVIII에 있어서의 이와 같은 주목할 가치가 있는 EL성능의 증강으로부터 하면, 발광 이리듐 착체 (bt)₂Ir(dipba)는 발광 호스트를 이용하지 않아도 효율적으로 전하를

수송할 수 있는 것이 시사된다.

- [0266] 도 13은 OLEDsV~VII의 전류밀도-휘도-전압특성을 플롯한 그래프이다. 도 13에 나타내어지는 바와 같이, 도프 레벨이 상승하면 구동전압이 낮아지는 경향이 있다. 또한, $(bt)_2Ir(dipba)$ 가 전하수송의 역할을 완수하고 있다고 생각된다.
- [0267] 이상과 같이, 발광 이리듬 착체 $(bt)_2Ir(dipba)$ 를 이용하면, 고효율 및 저구동 전압인 순수 적색 OLEDs를 폭넓은 범위의 도프 농도 또는 비도프형의 어느 것에 있어서도 제조할 수 있다.
- [0268] (단일 캐리어 소자의 제작)
- [0269] $(bt)_2Ir(dipba)$ 에서의 EL성능의 비약적인 향상은 발광층 내에 있어서의 안정된 전하-캐리어 밸런스 및 효율적인 재결합하러 전가한다고 생각된다. 그래서, 발광층에서의 전하 주입 및 캐리어 수송의 양쪽 모두에 대해서 더욱 더 이해를 깊게 하기 위해서 단일 캐리어 소자를 제작했다. 이 소자는 Al/액티브 분자층/Al, 또는 ITO/액티브 분자층/Au의 구조를 가진다. 캐리어가 전자만(electron-only)의 소자에 있어서의 전극으로서 일함수가 작은 금속(Al)을 이용하고 있다. 또, 캐리어가 정공만(hole-only)의 소자에 있어서의 전극으로서 일함수가 큰 금속(Au) 또는 금속 산화물(ITO)을 이용하고 있다. 또한 비교 목적을 위해서, 전자만, 정공만의 어느 소자에 있어서도 액티브 분자층으로서 $(bt)_2Ir(dipba)$ 를 이용한 소자, 및 $(bt)_2Ir(acac)$ 를 이용한 소자의 양쪽 종류의 소자를 제작했다.
- [0270] (단일 캐리어 소자의 전류밀도 및 휘도의 측정)
- [0271] 도 14는 각 소자에 있어서의 전류밀도-전계특성을 측정한 결과를 나타내는 그래프이다. 캐리어가 정공만의 소자인 경우, $(bt)_2Ir(dipba)$ 를 이용한 소자 및 $(bt)_2Ir(acac)$ 를 이용한 소자의 사이에 큰 차이는 없었다. 그러나, 캐리어가 전자만의 소자인 경우, $(bt)_2Ir(dipba)$ 를 이용한 소자에 있어서의 전류밀도는 $(bt)_2Ir(acac)$ 를 이용한 소자에 있어서의 전류밀도에 비해 훨씬 컸다. 이것은, dipba 배위자에 있어서의 더욱 강력한 π 결합 능력에 기인하는 것이라고 생각된다. 이에 따라, 인접하는 분자 사이에서의 전자의 홉(hop)이 더욱 용이하게 된다고 생각된다.
- [0272] 통상, 유기EL재료에 있어서의 전자의 이동도는 정공의 이동도보다도 몇 차의 레벨로 더 낮은 것이다. 그로 인해, OLEDs의 퍼포먼스의 새로운 향상은 $(bt)_2Ir(dipba)$ 를 이용한 소자와 같이, EL소자에 있어서의 효율적인 전자의 이동 및 EL소자로의 효율적인 전자 주입에 의하는 바가 크다. $(bt)_2Ir(dipba)$ 를 이용한 소자에서는 정공 및 전자의 사이에서의 광범위하게 걸치는 양적 콘트라스트를 저감할 수 있으며, 그 결과, 발광층 내의 캐리어 밸런스가 우수한 것이 된다.
- [0273] 상술한 바와 같이 $(bt)_2Ir(dipba)$ 의 산화포텐셜(0.21V)은 $(bt)_2Ir(acac)$ 의 산화포텐셜(0.61V)보다도 훨씬 작고, 또 $(bt)_2Ir(dipba)$ 의 HOMO는 $(bt)_2Ir(acac)$ 의 HOMO보다도 크다. 그로 인해, 아미디네이트 배위 이리듬 착체 $(bt)_2Ir(dipba)$ 는 정공을 직접 포착하는 능력에 뛰어나다고 생각된다. $(bt)_2Ir(dipba)$ 를 이용한 소자에 있어서의 EL퍼포먼스의 현저한 증대는 부분적으로는 이 우수한 능력에 의하는 것이다. 이 결과, $(bt)_2Ir(dipba)$ 를 이용한 OLEDs의 발광층 내에 있어서 더욱 많은 정공과 전자가 효율적으로 재결합하여 3중항 여기자를 발생시킬 수 있다.
- [0274] [실시에 7: $Ir(ppy)_2didpg$ 의 합성, $Ir(ppy)_2didpg$ 에 있어서의 흡수 및 포토루미네선스의 측정]
- [0275] 합성 반응 전반에 대해서는 상기 실시예 1에서의 설명을 준용할 수 있다. 또한, 후술하는 실시예 8~20에 대해서도 마찬가지이다.
- [0276] ($Ir(ppy)_2didpg$ 의 합성)
- [0277] 아르곤분위기하에 있어서, 용적 100ml의 플라스크에 디페닐아민(67mg, 0.4mmol)을 포함하는 10ml의 THF 및 n-BuLi의 핵산 용액(2.77M, 0.4mmol, 0.14ml)을 가하고, 실온에서 약 2시간 교반했다. 그 후, N,N'-디이소프로필 카르보디이미드(50mg, 0.4mmol)를 이 반응액에 적하했다. 반응액을 재빠르게 2시간 교반한 후, 이 반응액을 $[Ir(ppy)_2(\mu-Cl)]_2$ (0.2mmol, 220mg)를 포함하는 15ml의 THF 속에 적하해서 80℃로 12시간 교반했다.
- [0278] 계속해서, 반응물을 실온까지 냉각한 후, 감압하에서 용매를 증발시켰다. 이어서, 반응물을 5ml의 톨루엔에 가

한 후, 톨루엔을 증발시켰다. 그 후, 얻어진 생산물을 디에틸 에테르로 세정하여 본 발명에 따른 신규 이리듐 착체 Ir(ppy)₂ didpg를 80%의 수율로 얻었다. 또한, 얻어진 신규 이리듐 착체를 NMR 분석하고, 목적물인 것을 확인했다. 이하에 분석의 결과를 나타낸다;

- [0279] ¹H NMR(300MHz, CDCl₃, rt) δ=9.20(d, 2H, py-H), 7.86(d, py-H, 2H), 7.75 (t, 4H, dph-o), 7.54(d, 2H, Ph-H), 7.25(m, 4H, dph-m), 7.00(m, 4H, py-H and Ph-H), 6.76(t, 2H, dph-p), 6.64(t, 2H, Ph-H), 6.31(d, 2H, Ph-H), 3.58(b, 2H, C-H), 0.42(d, 6H, -CH₃), 0.086(d, 6H, -CH₃).
- [0280] (흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정)
- [0281] 흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정은 실시예 2와 동일하게 실시했다.
- [0282] 도 15는 탈기한 디클로로 메탄 중에서 관찰한 Ir(ppy)₂didpg의 UV-vis흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 디클로로 메탄 중에서의 발광은 540nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0283] 도 16은 고상 상태에서 관찰한 Ir(ppy)₂didpg의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 고상 상태에서의 발광은 530nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0284] [실시예 8: Ir(dfppy)₂didpg의 합성, Ir(dfppy)₂didpg에 있어서의 흡수 및 포토루미네선스의 측정]
- [0285] (시클로 메탈화 Ir(III)_μ-염화물 가교 전구 물질의 합성)
- [0286] 시클로 메탈화 Ir(III)_μ-염화물 가교 이량체(1차 금속 착체)인 [(dfppy)₂Ir(μ-Cl)]₂를 이하의 방법에 의해 합성했다.
- [0287] 우선, 2-에톡시 에탄올과 물을 3:1의 비율로 포함하는 용매 중에서 IrCl₂·H₂O(2.35mmol, 0.702g)와 2-(2,4-디플루오로 페닐) 피리딘(10.5mmol, 2.00g)을 공존시켜서 140℃로 24시간 환류했다. 이어서, 반응 혼합물을 냉각하고, 반응 생성물을 침강시켰다.
- [0288] 이어서, 침강물(반응 생성물)을 포함하는 반응 혼합물을 여과했다. 이어서 여과로 얻어진 잔류물을 아세톤(60 ml):에탄올(60ml)의 용액으로 세정하여 조정제물을 얻었다. 조정제물을 n-헥산(10ml):톨루엔(25ml)의 용액으로 재결정화하여 황색 결정을 얻었다. μ-염화물 가교 이량체의 수율은 70%였다. 또한, 얻어진 산물을 NMR 분석하고, 목적물인 것을 확인했다. 이하에 분석의 결과를 나타낸다;
- [0289] ¹H NMR(300MHz in CDCl₃, rt) δ=9.15(d, 2H), 8.32(d, 2H), 7.86(dd, 2H), 6.84(dd, 2H), 6.36(dd, 2H), 5.34(dd, 2H).
- [0290] (Ir(dfppy)₂didpg의 합성)
- [0291] 아르곤분위기하에 있어서, 용적 100ml의 플라스크에 디페닐 아민(67mg, 0.4mmol)을 포함하는 10ml의 THF 및 n-BuLi의 헥산 용액(2.77M, 0.4 mmol, 0.14ml)을 가하고, 실온에서 약 2시간 교반했다. 그 후, N,N'-디이소프로필카르보디이미드(50mg, 0.4mmol)를 이 반응액에 적하했다. 반응액을 신속하게 2시간 교반한 후, 이 반응액을 [(dfppy)₂Ir(μ-Cl)]₂(0.2mmol, 220mg)를 포함하는 15ml의 THF 속에 적하하여 80℃로 12시간 교반했다.
- [0292] 계속해서 반응물을 실온까지 냉각한 후, 감압하에서 용매를 증발시켰다. 얻어진 생산물을 디에틸 에테르로 세정하여 본 발명에 관련된 신규 이리듐 착체 Ir(dfppy)₂didpg를 65%의 수율로 얻었다. 또한, 얻어진 신규 이리듐 착체를 NMR 분석하고, 목적물인 것을 확인했다. 이하에 분석의 결과를 나타낸다;
- [0293] ¹H NMR(300MHz, CDCl₃, rt): δ=9.15(d, 2H), 8.30(d, 2H), 7.87(t, 2H), 7.30(m, 5H), 7.14(m, 5H), 7.08(t, 2H), 6.33-6.25(m, 2H), 5.70(dd, 2H), 3.61-3.53(m, 2H), 0.42(d, 6H), 0.11(d, 6H).
- [0294] (흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정)
- [0295] 흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정은 실시예 2와 동일하게 실시했다.
- [0296] 도 17은 Ir(ppy)₃dipba의 UV-vis흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 발광은 524nm의 파장에서 극

대치를 나타냈다.

- [0297] [실시예 9: Ir(dfppy)₂dipba의 합성, Ir(dfppy)₂dipba에 있어서의 흡수 및 포토루미네선스의 측정]
- [0298] (Ir(dfppy)₂dipba의 합성)
- [0299] 용적 100ml의 플라스크에 N,N'-다이소프로필카르보디이미드(50mg, 0.4mmol)를 포함하는 10ml의 THF를 가하고, 페닐 리튬의 헥산 용액(Ph-Li:0.21ml, 0.4mmol)을 적하했다. 반응액을 재빠르게 실온에서 2시간 교반한 후, 이 반응액을 [(dfppy)₂Ir(μ-C1)]₂(0.2mmol, 229mg)를 포함하는 15ml의 THF 속에 적하하여 80℃로 12시간 교반했다.
- [0300] 계속해서, 반응물을 실온까지 냉각한 후, 감압하에서 용매를 증발시켰다. 그 후, 얻어진 생산물을 디에틸 에테르로 세정하여 본 발명에 관련되는 신규 이리듐 착체 Ir(dfppy)₂dipba를 70%의 수율로 얻었다. 또한, 얻어진 신규 이리듐 착체를 NMR 분석하고, 목적물인 것을 확인했다. 이하에 분석의 결과를 나타낸다;
- [0301] ¹H NMR(300MHz, CDCl₃, rt): δ=9.32(d, 2H), 8.29(d, 2H), 7.81(t, 2H), 7.44(m, 2H), 7.29(m, 5H), 6.32(dtd, 2H), 5.75(dd, 2H), 3.23-3.16(m, 2H), 0.67(d, 6H), -0.08(d, 6H).
- [0302] (흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정)
- [0303] 흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정은 실시예 2와 동일하게 실시했다.
- [0304] 도 18은 탈기한 디클로로 메탄 속에서 관찰한 Ir(dfppy)₂dipba의 UV-vis흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 디클로로 메탄 속에서의 발광은 535nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0305] 도 19는 고상 상태에서 관찰한, Ir(dfppy)₂dipba의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 고상 상태에서의 발광은 510nm의 파장에서 제 1 극대치를 나타내고, 540nm의 파장에서 제 2 극대치를 나타냈다. 각 극대치의 강도는 제 1 극대치의 쪽이 컸다.
- [0306] [실시예 10: Ir(ppy)₂tbu-ba의 합성, Ir(ppy)₂tbu-ba에 있어서의 흡수 및 포토루미네선스의 측정]
- [0307] (Ir(ppy)₂tbu-ba의 합성)
- [0308] 용적 100ml의 플라스크에 N,N'-di-tert-부틸카르보디이미드(62mg, 0.4mmol)를 포함하는 10ml의 THF를 가하고, 페닐 리튬의 헥산 용액(Ph-Li:0.21ml, 0.4mmol)을 적하했다. 반응액을 신속하게 실온에서 2시간 교반한 후, 이 반응액을 [(ppy)₂Ir(μ-C1)]₂(0.2mmol, 220mg)를 포함하는 15ml의 THF 속에 적하하여 80℃로 12시간 교반했다.
- [0309] 계속해서, 반응물을 실온까지 냉각한 후, 감압하에서 용매를 증발시켰다. 그 후, 얻어진 생산물을 디에틸 에테르로 세정하여 본 발명에 관련되는 신규 이리듐 착체 Ir(ppy)₂tbu-ba를 70%의 수율로 얻었다. 또한, 얻어진 신규 이리듐 착체를 NMR 분석하고, 목적물인 것을 확인했다. 이하에 분석의 결과를 나타낸다;
- [0310] ¹H NMR(300MHz, C₆D₆, rt): δ=9.65(d, 2H), 7.53-7.46(m, 4H), 7.38(t, 2H), 7.11-7.02(m, 6H), 6.81-6.72(m, 5H), 6.66(d,2H), 0.73(s, 18H).
- [0311] (흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정)
- [0312] 흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정은 실시예 2와 동일하게 실시했다.
- [0313] 도 20은 클로로포름 용액 속에서 관찰한 Ir(ppy)₂tbu-ba의 UV-vis흡수스펙트럼을 나타낸 도면이다.
- [0314] 도 21은 클로로포름 용액 속에서 관찰한 Ir(ppy)₂tbu-ba의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 클로로포름 용액 속에서의 발광은 545nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0315] 도 22는 고상 상태에서 관찰한 Ir(ppy)₂tbu-ba의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 고상 상태에서의 발광은 543nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0316] [실시예 11: Ir(bzq)₂dip-dpg의 합성, Ir(bzq)₂dip-dpg에 있어서의 흡수 및 포토루미네선스의 측정]

- [0317] (Ir(bzq)₂dip-dpg의 합성)
- [0318] 아르곤분위기하에 있어서, 용적 100ml의 플라스크에 디페닐 아민(67mg, 0.4mmol)을 포함하는 10ml의 THF 및 n-BuLi의 헥산 용액(2.77M, 0.4mmol, 0.14ml)을 가하고, 실온에서 약 2시간 교반했다. 그 후, N,N'-다이소프로필 카르보다이미드(50mg, 0.4mmol)를 이 반응액에 적하했다. 반응액을 빠르게 2시간 교반한 후, 이 반응액을 [(bzq)₂Ir(μ-Cl)]₂(0.2mmol, 230mg)를 포함하는 15ml의 THF 속에 적하하여 80°C로 12시간 교반했다.
- [0319] 계속해서, 반응물을 실온까지 냉각한 후, 감압하에서 용매를 증발시켰다. 얻어진 생산물을 디에틸 에테르로 세정하여 본 발명에 따른 신규 이리듐 착체 Ir(bzq)₂dip-dpg를 80%의 수율로 얻었다. 또한, 얻어진 신규 이리듐 착체를 NMR 분석하고, 목적물인 것을 확인했다. 이하에 분석의 결과를 나타낸다;
- [0320] ¹H NMR(300MHz, CDCl₃, rt): δ=9.50(d, 2H), 8.28(d, 2H), 7.76-7.61(m, 5H), 7.29(t, 5H), 7.21(t, 5H), 7.03-6.92(tt, 5H), 6.36(d, 2H), 3.56(m, 2H), 0.44(d, 6H), -0.31(d, 6H).
- [0321] (흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정)
- [0322] 흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정은 실시예 2와 동일하게 실시했다.
- [0323] 도 23은 클로로포름 용액 속에서 관찰한 Ir(bzq)₂dip-dpg의 UV-vis흡수스펙트럼을 나타낸 도면이다.
- [0324] 도 24는 클로로포름 용액 속에서 관찰한 Ir(bzq)₂dip-dpg의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 클로로포름 용액 속에서의 발광은 565nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0325] 도 25는 고상 상태에서 관찰한 Ir(bzq)₂dip-dpg의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 고상 상태에서의 발광은 567nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0326] [실시예 12: Ir(ppy)₂(dipdg)의 합성, Ir(ppy)₂(dipdg)에 있어서의 흡수 및 포토루미네선스의 측정]
- [0327] (Ir(ppy)₂(dipdg)의 합성)
- [0328] 디페닐 아민(67mg, 0.4mmol)을 포함하는 THF 대신에 디알릴 아민(39mg, 0.4mmol)을 포함하는 THF를 이용한 이외는 실시예 7과 동일한 방법에 의해 합성을 실시했다.
- [0329] 툴루엔을 증발시킨 후, 얻어진 산물을 디에틸 에테르로 세정하여 본 발명에 관련되는 신규 이리듐 착체 Ir(ppy)₂(dipdg)를 50%의 수율로 얻었다. 또한, 얻어진 신규 이리듐 착체를 NMR 분석하고, 목적물인 것을 확인했다. 이하에 분석의 결과를 나타낸다;
- [0330] ¹H NMR(300MHz, C₄D₈O, rt): δ=9.20(d, 2H), 7.95(t, 2H), 7.80(t, 2H), 7.60 (t, 2H), 7.20(m, 2H), 6.70(t, 2H), 6.50(t, 2H), 6.30(d, 2H), 6.15(d, 2H), 4.95(m, 2H), 3.65(m, 2H), 1.65(d, 4H), 0.72(d, 6H), 0.61(d, 6H).
- [0331] (흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정)
- [0332] 흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정은 실시예 2와 동일하게 실시했다.
- [0333] 도 26은 클로로포름 용액 속에서 관찰한 Ir(ppy)₂(dipdg)의 UV-vis흡수스펙트럼을 나타낸 도면이다.
- [0334] 도 27은 클로로포름 용액 속에서 관찰한 Ir(ppy)₂(dipdg)의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 클로로포름 용액 속에서의 발광은 536nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0335] 도 28은 고상 상태에서 관찰한 Ir(ppy)₂(dipdg)의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 고상 상태에서의 발광은 548nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0336] [실시예 13: Ir(ppy)₂(dipdeg)의 합성, Ir(ppy)₂(dipdeg)에 있어서의 흡수 및 포토루미네선스의 측정]
- [0337] (Ir(ppy)₂(dipdeg)의 합성)
- [0338] 디페닐 아민(67mg, 0.4mmol)을 포함하는 THF 대신에 디에틸 아민(29mg, 0.4mmol)을 포함하는 THF를 이용한 이외는

실시에 7과 동일한 방법에 의해 합성을 실시했다.

- [0339] 톨루엔을 증발시킨 후, 얻어진 생산물을 디에틸 에테르로 세정하여 본 발명에 따른 신규 이리듐 착체 $\text{Ir}(\text{ppy})_2(\text{dipdeg})$ 를 60%의 수율로 얻었다. 또한, 얻어진 신규 이리듐 착체를 NMR 분석하고, 목적물인 것을 확인했다. 이하에 분석의 결과를 나타낸다;
- [0340] ^1H NMR(300MHz, CDCl_3 , rt): $\delta=9.25(\text{d}, 2\text{H}), 7.95(\text{d}, 2\text{H}), 7.75(\text{t}, 2\text{H}), 7.56(\text{d}, 2\text{H}), 7.20(\text{t}, 2\text{H}), 6.66(\text{t}, 2\text{H}), 6.49(\text{t}, 2\text{H}), 6.23(\text{d}, 2\text{H}), 3.75-3.67(\text{m}, 2\text{H}), 3.23-3.02(\text{m}, 4\text{H}), 1.11(\text{t}, 6\text{H}), 0.77(\text{d}, 6\text{H}), -0.012(\text{d}, 6\text{H})$.
- [0341] (흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정)
- [0342] 흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정은 실시예 2와 동일하게 실시했다.
- [0343] 도 29는 클로로포름 용액 중에서 관찰한 $\text{Ir}(\text{ppy})_2(\text{dipdeg})$ 의 UV-vis 흡수스펙트럼을 나타낸 도면이다.
- [0344] 도 30은 클로로포름 용액 중에서 관찰한 $\text{Ir}(\text{ppy})_2(\text{dipdeg})$ 의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 클로로포름 용액 중에서의 발광은 546nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0345] 도 31은 고상 상태에서 관찰한 $\text{Ir}(\text{ppy})_2(\text{dipdeg})$ 의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 고상 상태에서의 발광은 566nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0346] [실시에 14: $\text{Ir}(\text{ppy})_2(\text{dipdbg})$ 의 합성, $\text{Ir}(\text{ppy})_2(\text{dipdbg})$ 에 있어서의 흡수 및 포토루미네선스의 측정]
- [0347] ($\text{Ir}(\text{ppy})_2(\text{dipdbg})$ 의 합성)
- [0348] 디페닐 아민(67mg, 0.4mmol)을 포함하는 THF 대신에 디이소부틸아민(52mg, 0.4mmol)을 포함하는 THF를 이용한 이외는 실시예 7과 동일한 방법에 의해 합성을 실시했다.
- [0349] 톨루엔을 증발시킨 후, 얻어진 생산물을 디에틸 에테르로 세정하여 본 발명에 관련되는 신규 이리듐 착체 $\text{Ir}(\text{ppy})_2(\text{dipdbg})$ 를 65%의 수율로 얻었다. 또한, 얻어진 신규 이리듐 착체를 NMR 분석하고, 목적물인 것을 확인했다. 이하에 분석의 결과를 나타낸다;
- [0350] ^1H NMR(300MHz, $\text{C}_6\text{D}_6\text{O}$, rt): $\delta=9.25(\text{d}, 2\text{H}), 7.92(\text{d}, 2\text{H}), 7.74(\text{t}, 2\text{H}), 7.54(\text{d}, 2\text{H}), 7.20-7.16(\text{m}, 2\text{H}), 6.64(\text{t}, 2\text{H}), 6.51(\text{t}, 2\text{H}), 6.22(\text{d}, 2\text{H}), 3.84(\text{m}, 2\text{H}), 2.96-2.85(\text{m}, 4\text{H}), 1.93-1.85(\text{m}, 2\text{H}), 0.94(\text{dd}, 12\text{H}), 0.85(\text{d}, 12\text{H})$.
- [0351] (흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정)
- [0352] 흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정은 실시예 2와 동일하게 실시했다.
- [0353] 도 32는 클로로포름 용액 중에서 관찰한 $\text{Ir}(\text{ppy})_2(\text{dipdbg})$ 의 UV-vis 흡수스펙트럼을 나타낸 도면이다.
- [0354] 도 33은 클로로포름 용액 중에서 관찰한 $\text{Ir}(\text{ppy})_2(\text{dipdbg})$ 의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 클로로포름 용액 중에서의 발광은 548nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0355] 도 34는 고상 상태에서 관찰한 $\text{Ir}(\text{ppy})_2(\text{dipdbg})$ 의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 고상 상태에서의 발광은 558nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0356] [실시에 15: $\text{Ir}(\text{ppy})_2(\text{dipgdip})$ 의 합성, $\text{Ir}(\text{ppy})_2(\text{dipdbg})$ 에 있어서의 흡수 및 포토루미네선스의 측정]
- [0357] ($\text{Ir}(\text{ppy})_2(\text{dipgdip})$ 의 합성)
- [0358] 디페닐 아민(67mg, 0.4mmol)을 포함하는 THF 대신에 디이소프로필 아민(40mg, 0.4mmol)을 포함하는 THF를 이용한 이외는 실시예 7과 동일한 방법에 의해 합성을 실시했다.
- [0359] 톨루엔을 증발시킨 후, 얻어진 생산물을 디에틸 에테르로 세정하여 본 발명에 관련되는 신규 이리듐 착체 $\text{Ir}(\text{ppy})_2(\text{dipgdip})$ 를 70%의 수율로 얻었다. 또한, 얻어진 신규 이리듐 착체를 NMR 분석하고, 목적물인 것을

확인했다. 이하에 분석의 결과를 나타낸다;

- [0360] ^1H NMR(300MHz, C_6D_6 , rt): δ =9.35(d, 2H), 7.52(d, 2H), 7.41(d, 2H), 7.02 (t, 2H), 6.87-6.73(m, 6H), 6.67(t, 2H), 3.93-3.88(m, 2H), 3.48-3.44(m, 2H), 1.20(t, 12H), 1.10(d, 6H), 0.25(d, 6H).
- [0361] (흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정)
- [0362] 흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정은 실시예 2와 동일하게 실시했다.
- [0363] 도 35는 클로로포름 용액 중에서 관찰한 $\text{Ir}(\text{ppy})_2(\text{dipgdip})$ 의 UV-vis 흡수스펙트럼을 나타낸 도면이다.
- [0364] 도 36은 클로로포름 용액 중에서 관찰한 $\text{Ir}(\text{ppy})_2(\text{dipgdip})$ 의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 클로로포름 용액 중에서의 발광은 548nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0365] 도 37은 고상 상태에서 관찰한 $\text{Ir}(\text{ppy})_2(\text{dipgdip})$ 의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 고상 상태에서의 발광은 560nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0366] [실시예 16: $\text{Ir}(\text{ppy})_2\text{dip-dtmsg}$ 의 합성, $\text{Ir}(\text{ppy})_2\text{dip-dtmsg}$ 에 있어서의 흡수 및 포토루미네선스의 측정]
- [0367] ($\text{Ir}(\text{ppy})_2\text{dip-dtmsg}$ 의 합성)
- [0368] 용적 100ml의 플라스크에 리튬(비스-트리메틸실릴)아미드(67mg, 0.4mmol)를 포함하는 10ml의 THF를 가하고, 30분간 교반했다. 그 후, N,N'-디이소프로필카르보다이미드(50mg, 0.4mmol)를 이 용액에 적하했다. 반응액을 재빠르게 2시간 교반한 후, 이 반응액을 $[(\text{ppy})_2\text{Ir}(\mu\text{-Cl})]_2$ (0.2mmol, 220mg)를 포함하는 15ml의 THF 속에 적하하여 80°C로 12시간 교반했다.
- [0369] 계속해서, 반응물을 실온까지 냉각한 후, 감압하에서 용매를 증발시켰다. 이어서, 반응물을 5ml의 톨루엔에 가한 후, 톨루엔을 증발시켰다. 그 후, 얻어진 산물을 디에틸 에테르로 세정하여 본 발명에 관련되는 신규 이리듐 착체 $\text{Ir}(\text{ppy})_2\text{dip-dtmsg}$ 를 70%의 수율로 얻었다. 또한, 얻어진 신규 이리듐 착체를 NMR 분석하고, 목적물인 것을 확인했다. 이하에 분석의 결과를 나타낸다;
- [0370] ^1H NMR(300MHz, C_6D_6 , rt): δ =9.45(d, 2H), 7.50(d, 2H), 7.43(d, 2H), 7.09(t, 2H), 6.85-6.71(m, 6H), 6.64(d, 2H), 3.93-3.88(m, 2H), 1.09(d, 6H), 0.34(d, 6H), 0.28(s, 18H).
- [0371] (흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정)
- [0372] 흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정은 실시예 2와 동일하게 실시했다.
- [0373] 도 38은 클로로포름 용액 중에서 관찰한 $\text{Ir}(\text{ppy})_2\text{dip-dtmsg}$ 의 UV-vis 흡수스펙트럼을 나타낸 도면이다.
- [0374] 도 39는 클로로포름 용액 중에서 관찰한 $\text{Ir}(\text{ppy})_2\text{dip-dtmsg}$ 의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 클로로포름 용액 중에서의 발광은 535nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0375] 도 40은 고상 상태에서 관찰한 $\text{Ir}(\text{ppy})_2\text{dip-dtmsg}$ 의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 고상 상태에서의 발광은 548nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0376] [실시예 17: $\text{Ir}(\text{ppy})_2\text{dip-cbzg}$ 의 합성, $\text{Ir}(\text{ppy})_2\text{dip-cbzg}$ 에서의 흡수 및 포토루미네선스의 측정]
- [0377] ($\text{Ir}(\text{ppy})_2\text{dip-cbzg}$ 의 합성)
- [0378] 디페닐 아민(67mg, 0.4mmol)을 포함하는 THF 대신에 카르바졸(67mg, 0.4mmol)을 포함하는 THF를 이용한 이외는 실시예 7과 동일한 방법에 의해 합성을 실시했다.
- [0379] 톨루엔을 증발시킨 후, 얻어진 생산물을 디에틸 에테르로 세정하여 본 발명에 관련되는 신규 이리듐 착체 $\text{Ir}(\text{ppy})_2\text{dip-cbzg}$ 를 75%의 수율로 얻었다. 또한, 얻어진 신규 이리듐 착체를 NMR 분석하고, 목적물인 것을 확인했다. 이하에 분석의 결과를 나타낸다;
- [0380] ^1H NMR(300MHz, CDCl_3 , rt): δ =9.59(d, 2H), 8.09(d, 2H), 7.94(d, 2H), 7.84 (t, 2H), 7.62(dd, 4H), 7.50-

7.38(m, 6H), 6.84(t, 2H), 6.73(t, 2H), 6.42(d, 2H), 3.06-3.02(m, 2H), 0.64(d, 6H), -0.06(d, 6H).

- [0381] (흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정)
- [0382] 흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정은 실시예 2와 동일하게 실시했다.
- [0383] 도 41은 클로로포름 용액 중에서 관찰한 Ir(ppy)₂dip-cbzg의 UV-vis흡수스펙트럼을 나타낸 도면이다.
- [0384] 도 42는 클로로포름 용액 중에서 관찰한 Ir(ppy)₂dip-cbzg의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 클로로포름 용액 중에서의 발광은 530nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0385] 도 43은 고상 상태에서 관찰한 Ir(ppy)₂dip-cbzg의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 고상 상태에서의 발광은 512nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0386] [실시예 18: Ir(dfppy)₂dip-cbzg의 합성, Ir(dfppy)₂dip-cbzg에 있어서의 흡수 및 포토루미네선스의 측정]
- [0387] (Ir(dfppy)₂dip-cbzg의 합성)
- [0388] 아르곤분위기하에 있어서, 용적 100mℓ의 플라스크에 카르바졸(67mg, 0.4mmol)을 포함하는 10mℓ의 THF 및 n-BuLi의 헥산 용액(2.77M, 0.4 mmol, 0.14mℓ)을 가하고, 실온에서 약 2시간 교반했다. 그 후, N,N'-디이소프로필카르보디이미드(50mg, 0.4mmol)를 이 반응액에 적하했다. 반응액을 빠르게 2시간 교반한 후, 이 반응액을 [(dfppy)₂Ir(μ-Cl)]₂(0.2mmol, 220mg)를 포함하는 15mℓ의 THF 속에 적하하여 80℃로 12시간 교반했다.
- [0389] 계속해서, 반응물을 실온까지 냉각한 후, 감압하에서 용매를 증발시켰다. 얻어진 생산물을 디에틸 에테르로 세정하여 본 발명에 관련된 신규 이리듐 착체 Ir(dfppy)₂dip-cbzg를 70%의 수율로 얻었다. 또한, 얻어진 신규 이리듐 착체를 NMR 분석하고, 목적물인 것을 확인했다. 이하에 분석의 결과를 나타낸다;
- [0390] ¹H NMR(300MHz, CD₂Cl₂, rt): δ=9.45 (d, 2H), 8.25(d, 2H), 7.99(d, 2H), 7.84(t, 2H), 7.49-7.37(m, 6H), 7.20(dt, 2H), 6.29(t, 2H), 5.71(dd, 2H), 2.95-2.89(m, 2H), 0.54(d, 6H), -0.17(d, 6H).
- [0391] (흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정)
- [0392] 흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정은 실시예 2와 동일하게 실시했다.
- [0393] 도 44는 클로로포름 용액 중에서 관찰한 Ir(dfppy)₂dip-cbzg의 UV-vis흡수스펙트럼을 나타낸 도면이다.
- [0394] 도 45는 클로로포름 용액 중에서 관찰한 Ir(dfppy)₂dip-cbzg의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 클로로포름 용액 중에서의 발광은 495nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0395] 도 46은 고상 상태에서 관찰한 Ir(dfppy)₂dip-cbzg의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 고상 상태에서의 발광은 518nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0396] [실시예 19: Ir(ppy)₂dip-fla의 합성, Ir(ppy)₂dip-fla에 있어서의 흡수 및 포토루미네선스의 측정]
- [0397] (Ir(ppy)₂dip-fla의 합성)
- [0398] 아르곤분위기하에 있어서, 용적 100mℓ의 플라스크에 플루오렌(66mg, 0.4mmol)을 포함하는 10mℓ의 THF 및 n-BuLi의 헥산 용액(2.77M, 0.4 mmol, 0.14mℓ)을 가하고, 실온에서 약 2시간 교반했다. 그 후, N,N'-디이소프로필카르보디이미드(50mg, 0.4mmol)를 이 반응액에 적하했다. 반응액을 빠르게 2시간 교반한 후, 이 반응액을 [(ppy)₂Ir(μ-Cl)]₂(0.2mmol, 220mg)를 포함하는 15mℓ의 THF 속에 적하하여 80℃로 12시간 교반했다.
- [0399] 계속해서, 반응물을 실온까지 냉각한 후, 감압하에서 용매를 증발시켰다. 얻어진 생산물을 디에틸 에테르로 세정하여 본 발명에 관련된 신규 이리듐 착체 Ir(ppy)₂dip-fla를 60%의 수율로 얻었다. 또한, 얻어진 신규 이리듐 착체를 NMR 분석하고, 목적물인 것을 확인했다. 이하에 분석의 결과를 나타낸다;
- [0400] ¹H NMR(300MHz, CDCl₃, rt): δ=9.46 (d, 1H), 9.22(d, 1H), 7.92(d, 1H), 7.78-7.74(m, 5H), 7.68(t, 1H), 7.61(t, 3H), 7.48-7.40(m, 4H), 7.37(d, 2H), 6.81(t, 1H), 6.70(dd, 2H), 6.59(t, 1H), 6.34(dd, 2H),

4.93(s, 1H), 4.13-4.09 (m, 1H), 2.16-2.12(m, 1H), 0.88(d, 3H), 0.35(d, 3H), 0.09(d, 3H), -0.74(d, 3H).

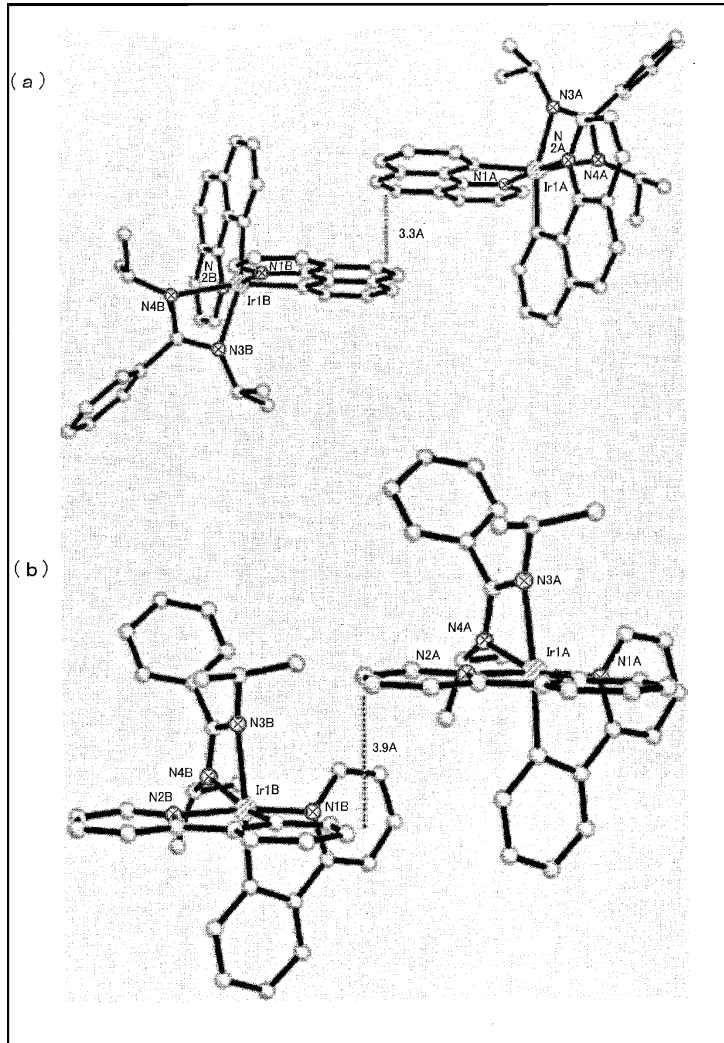
- [0401] (흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정)
- [0402] 흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정은 실시예 2와 동일하게 실시했다.
- [0403] 도 47은 클로로포름 용액 중에서 관찰한 Ir(ppy)₂dip-fla의 UV-vis흡수스펙트럼을 나타낸 도면이다.
- [0404] 도 48은 클로로포름 용액 중에서 관찰한 Ir(ppy)₂dip-fla의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 클로로포름 용액 중에서의 발광은 545nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0405] 도 49는 고상 상태에서 관찰한 Ir(ppy)₂dip-fla의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 고상 상태에서의 발광은 553 nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0406] [실시예 20: Ir(ppy)₂dip-dpp의 합성, Ir(ppy)₂dip-dpp에 있어서의 흡수 및 포토루미네선스의 측정]
- [0407] (Ir(ppy)₂dip-dpp의 합성)
- [0408] 플루오렌(66mg, 0.4mmol)을 포함하는 THF 대신에 디페닐 포스핀(74mg, 0.4mmol)을 포함하는 THF를 이용한 이외는 실시예 19와 동일한 방법에 의해 합성을 실시했다.
- [0409] 얻어진 산물을 디에틸 에테르로 세정하여 본 발명에 관련되는 신규 이리듐 착체 Ir(ppy)₂dip-dpp를 60%의 수율로 얻었다. 또한, 얻어진 신규 이리듐 착체를 NMR 분석하고, 목적물인 것을 확인했다. 이하에 분석의 결과를 나타낸다;
- [0410] ¹H NMR(300MHz, CDCl₃, rt): δ=8.70(d, 1H), 8.60(d, 1H), 7.82(d, 1H), 7.55-7.65(m, 3H), 7.35-7.48(m, 2H), 7.38(d, 2H), 7.14(d, 1H), 7.08(d, 2H), 6.90(t, 1H), 6.62-6.75(m, 5H), 6.35-6.60(m, 6H), 5.95(t, 1H), 4.13(m, 1H), 3.61(m, 1H), 0.90(d, 3H), 0.61(d, 3H), 0.45(d, 3H), 0.15(d, 3H).
- [0411] (흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정)
- [0412] 흡수스펙트럼 및 PL스펙트럼의 측정은 실시예 2와 동일하게 실시했다.
- [0413] 도 50은 클로로포름 용액 중에서 관찰한 Ir(ppy)₂dip-dpp의 UV-vis흡수스펙트럼을 나타낸 도면이다.
- [0414] 도 51은 클로로포름 용액 중에서 관찰한 Ir(ppy)₂dip-dpp의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 클로로포름 용액 중에서의 발광은 558nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.
- [0415] 도 52는 고상 상태에서 관찰한 Ir(ppy)₂dip-dpp의 PL스펙트럼을 나타낸 도면이다. 고상 상태에서의 발광은 548 nm의 파장에서 극대치를 나타냈다.

산업상 이용가능성

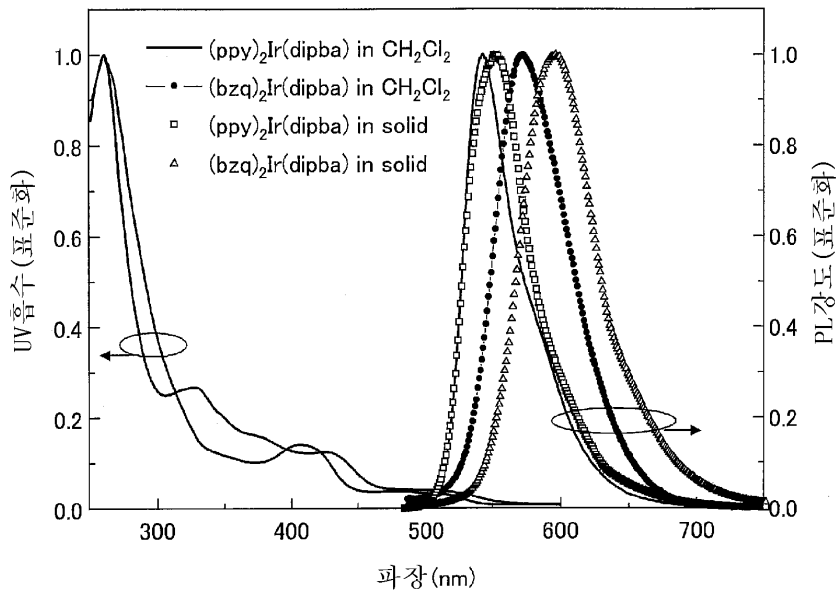
- [0416] 본 발명에 따르면, 발광 도펀트로서는 물론, 단독으로 사용한 경우에도 실용상 충분한 발광특성을 나타내는 신규화합물, 해당 화합물을 이용한 발광방법 및 발광소자를 제공할 수 있다. 본 발명은, 예를 들면 검출 마커 또는 유기일렉트로루미네선스소자의 발광재료로서 매우 적합하게 이용 가능하다.

도면

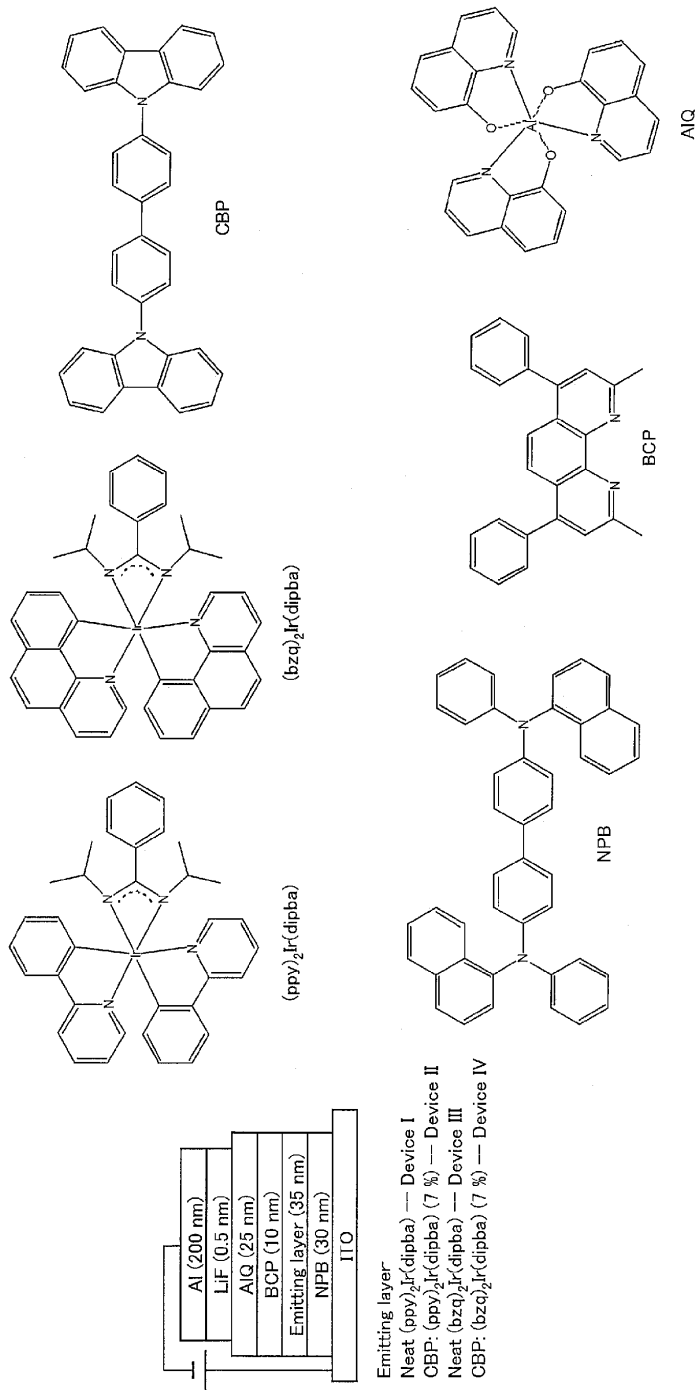
도면1



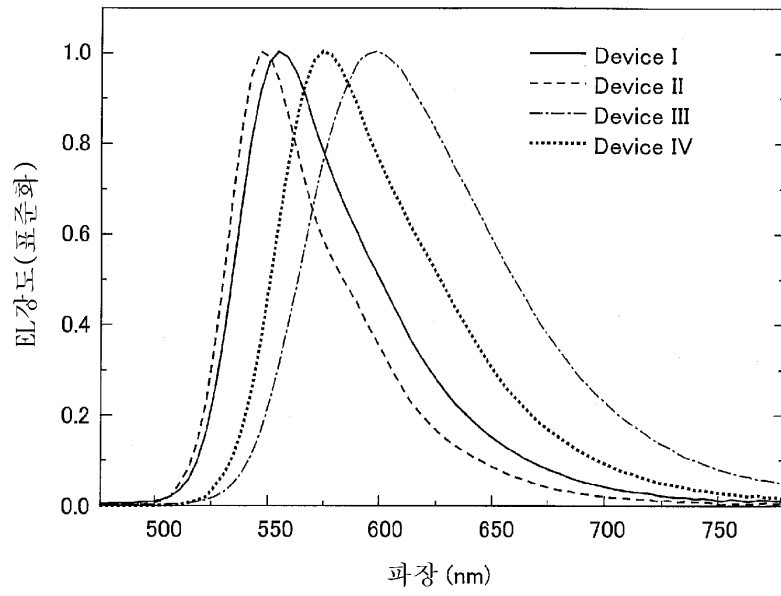
도면2



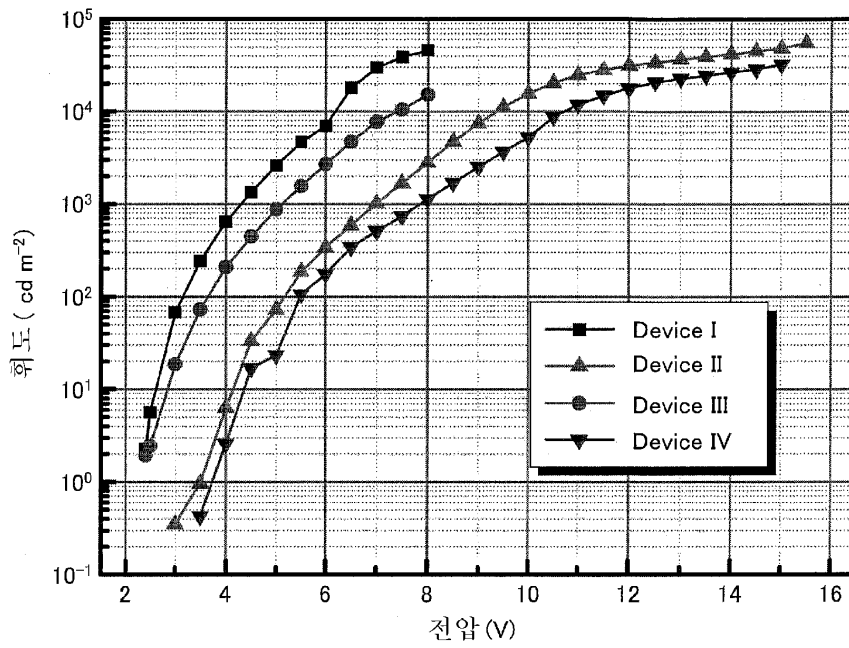
도면3



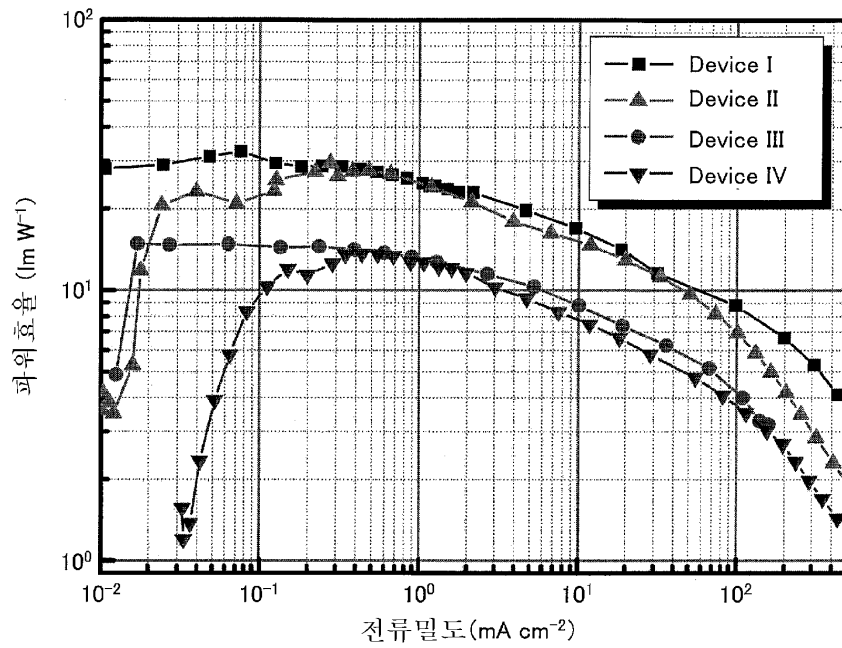
도면4



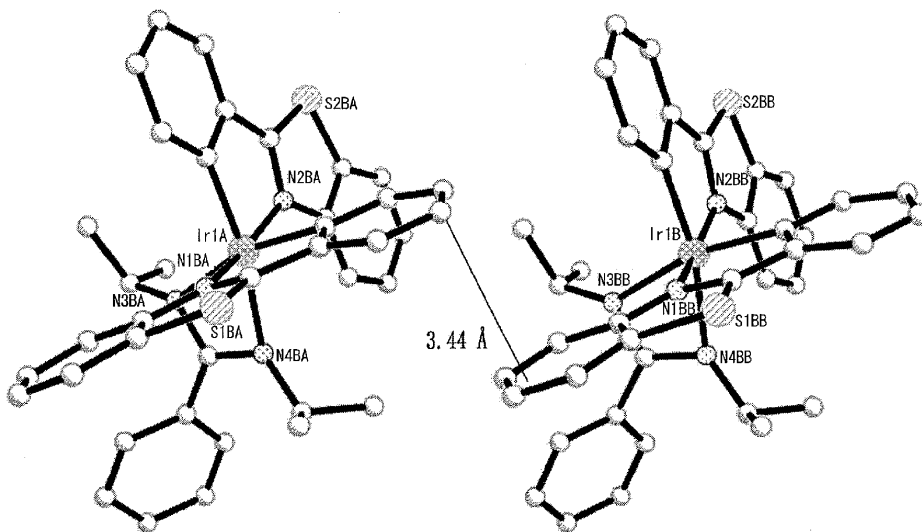
도면5



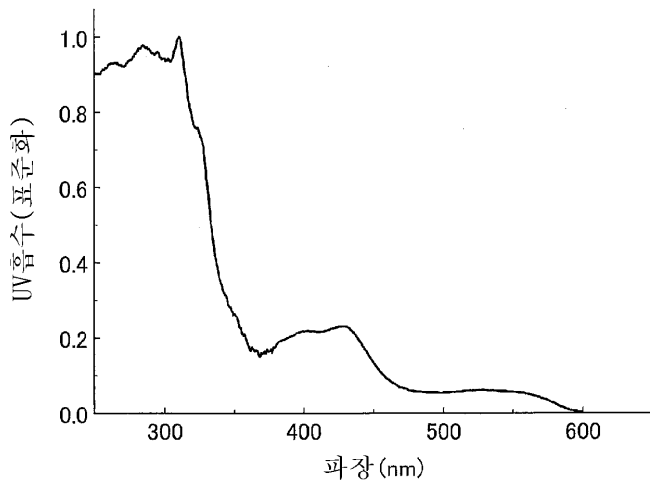
도면6



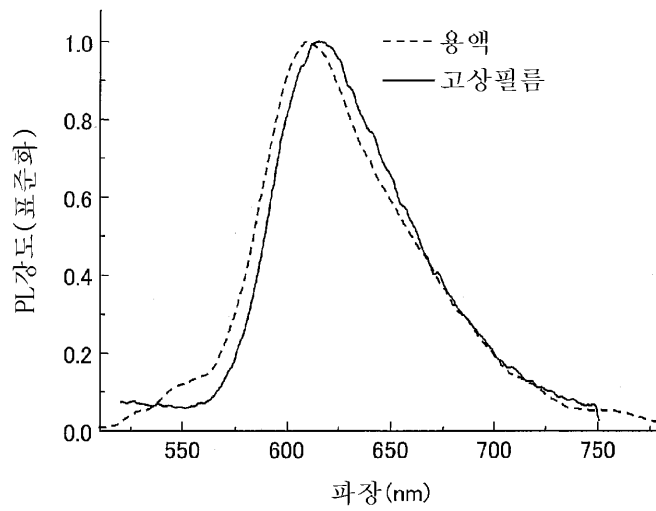
도면7



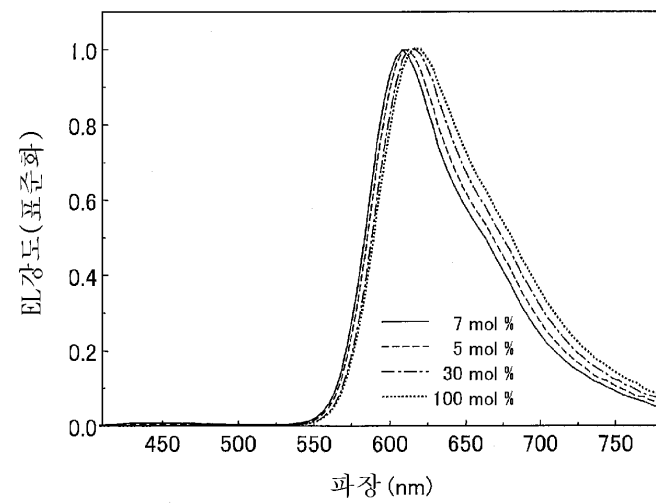
도면8



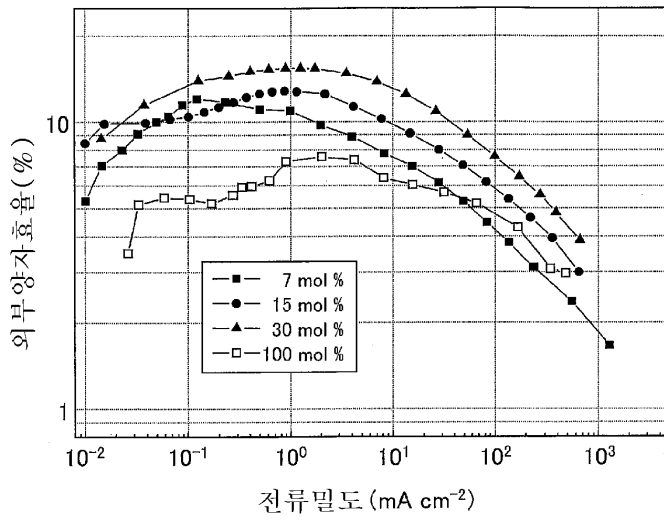
도면9



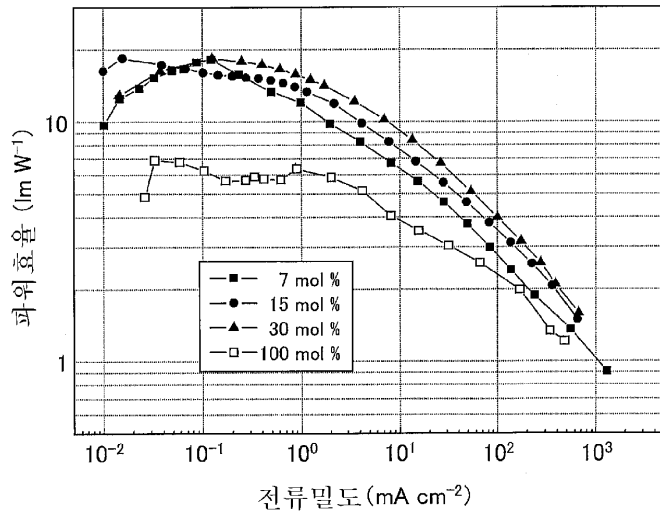
도면10



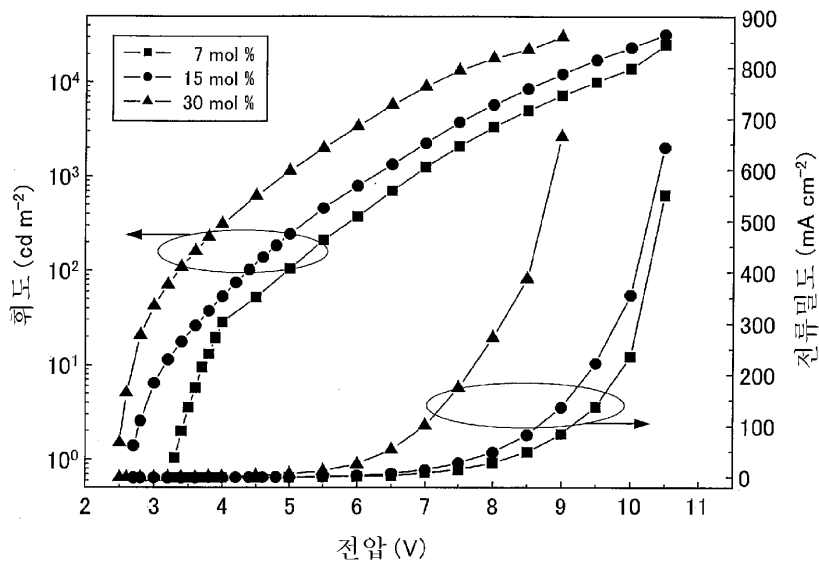
도면11



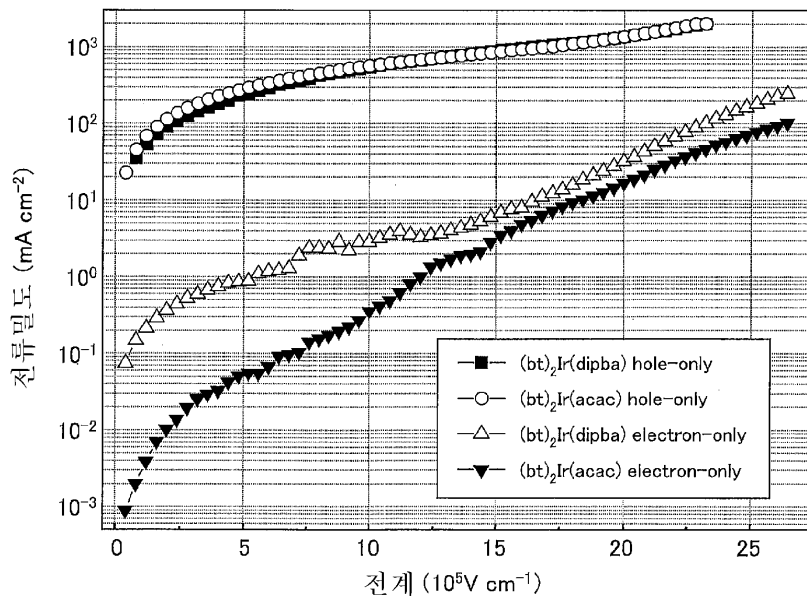
도면12



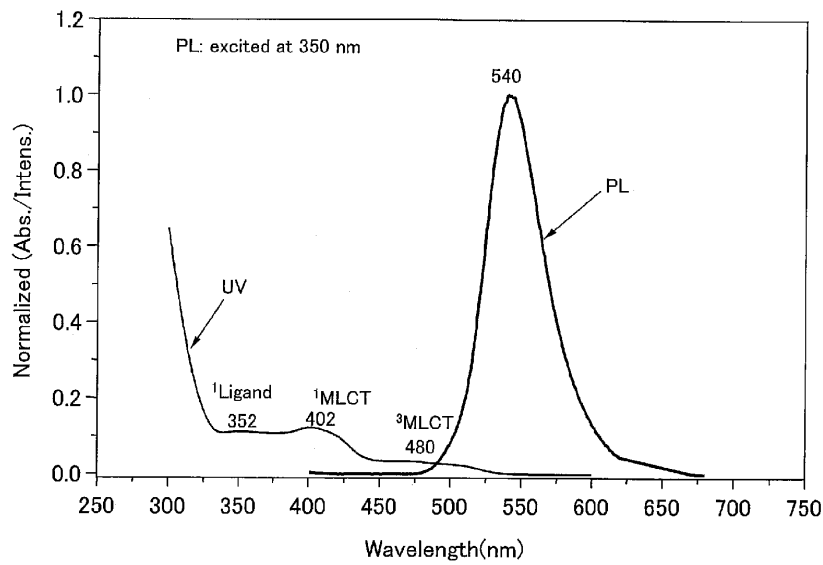
도면13



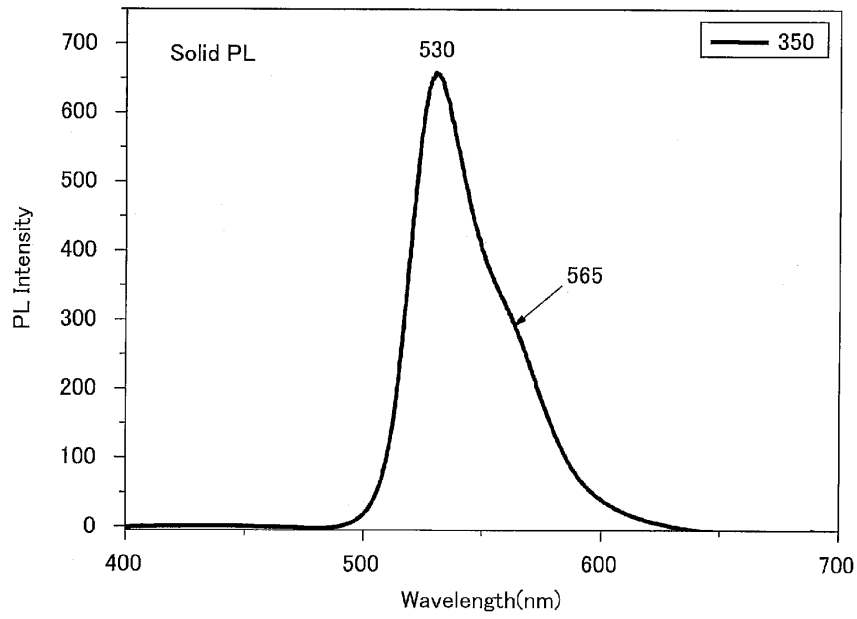
도면14



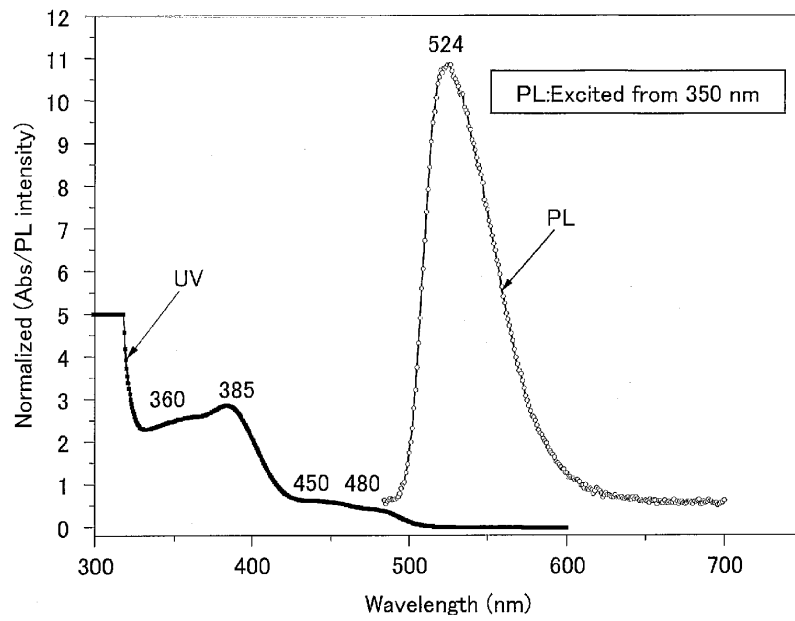
도면15



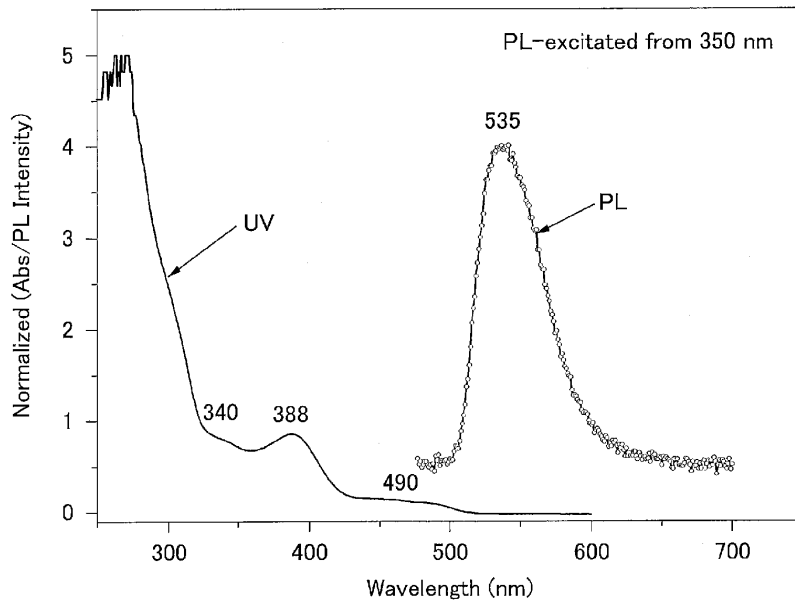
도면16



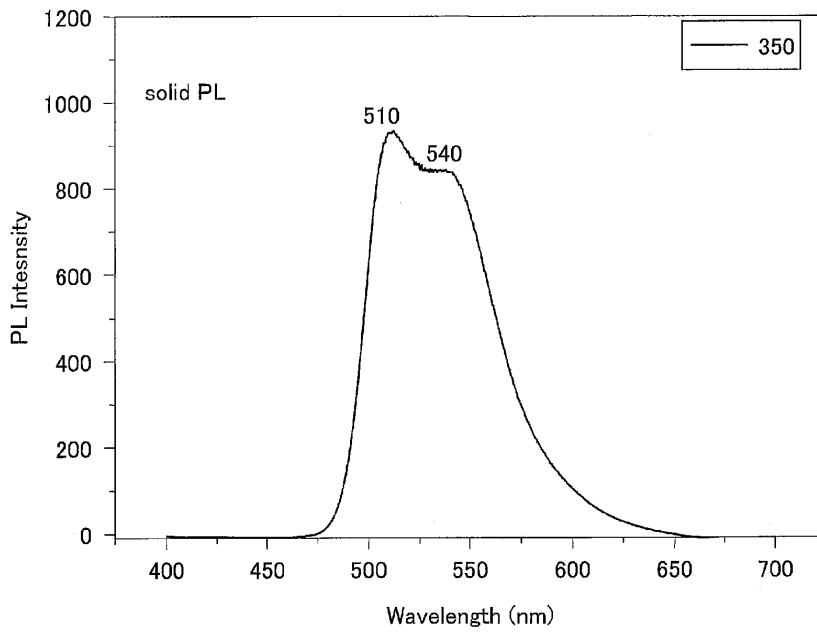
도면17



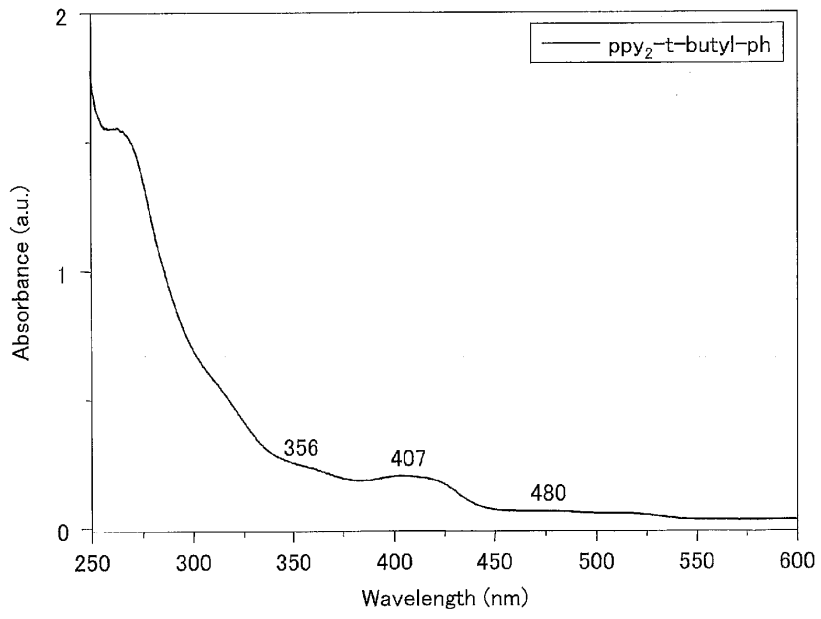
도면18



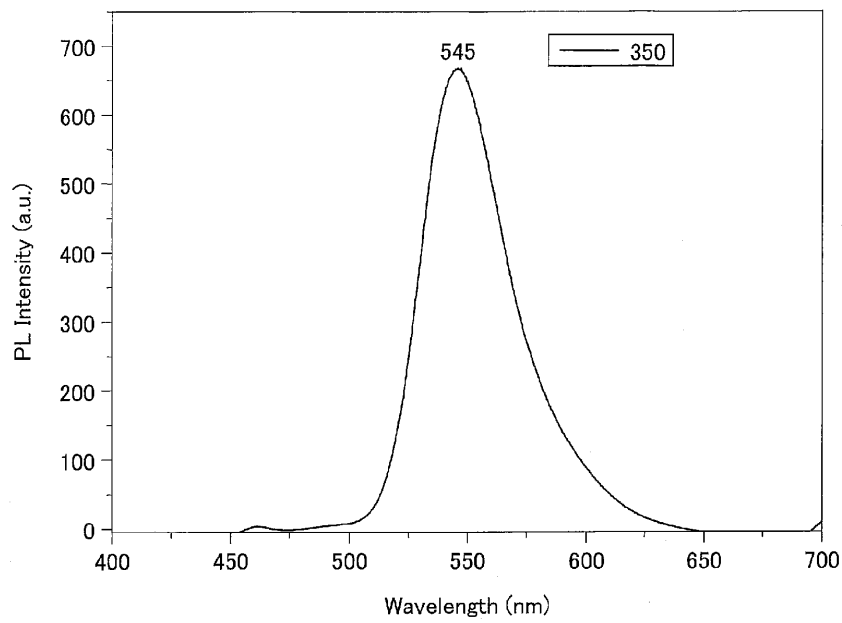
도면19



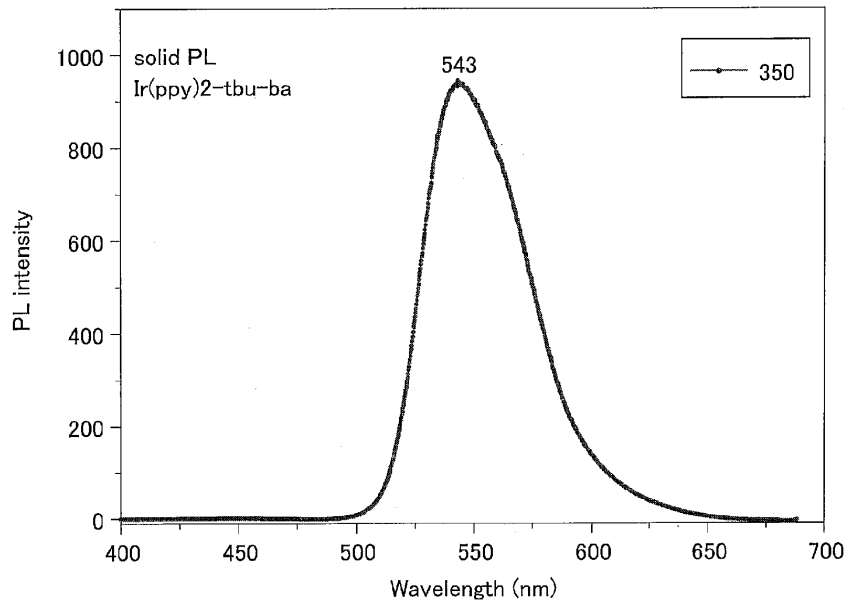
도면20



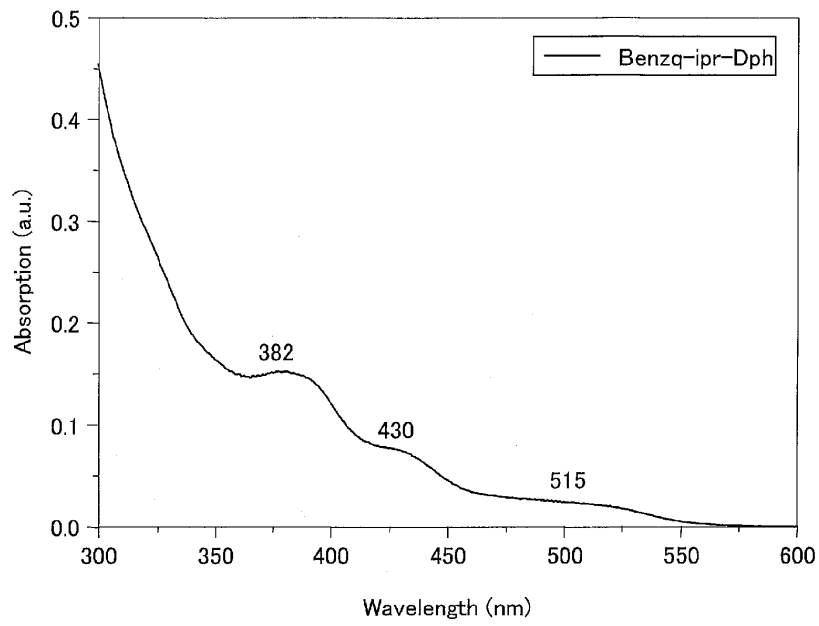
도면21



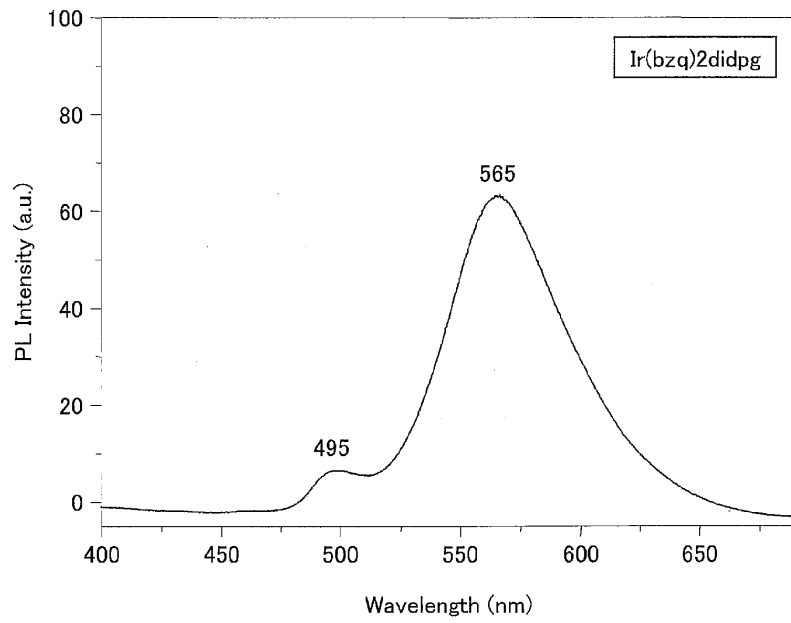
도면22



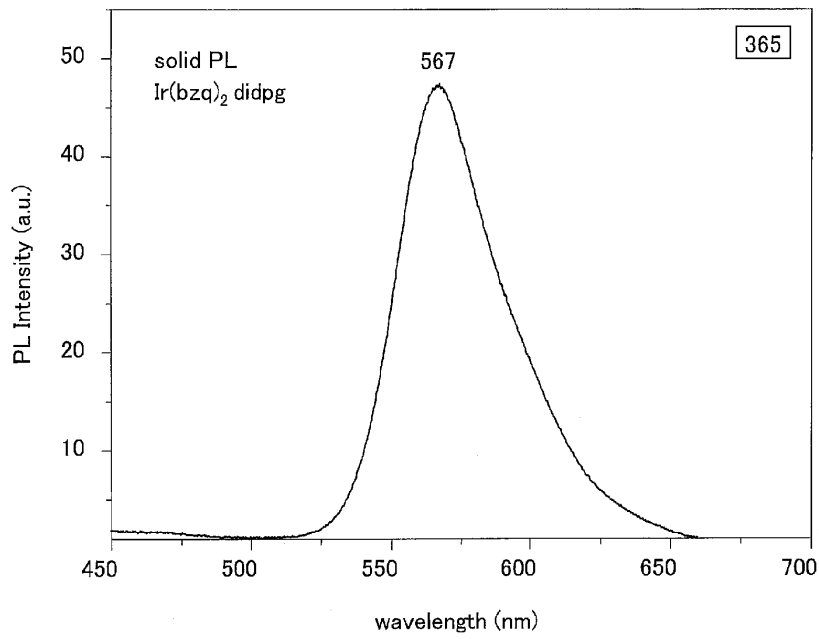
도면23



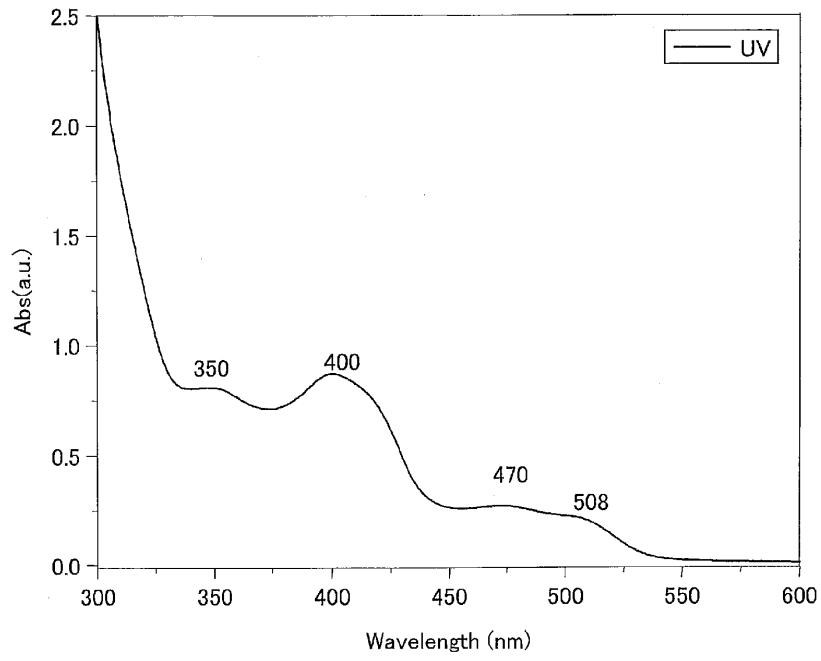
도면24



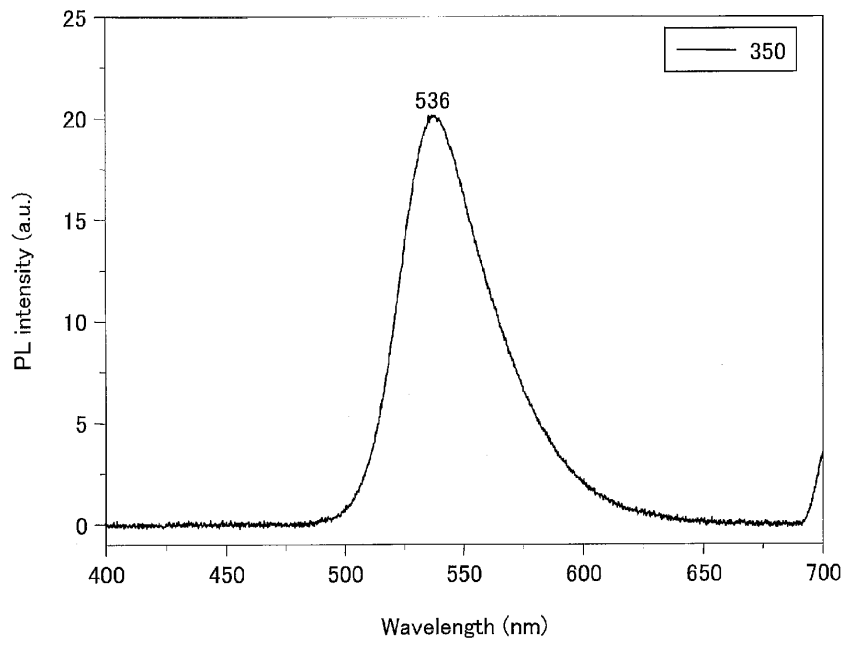
도면25



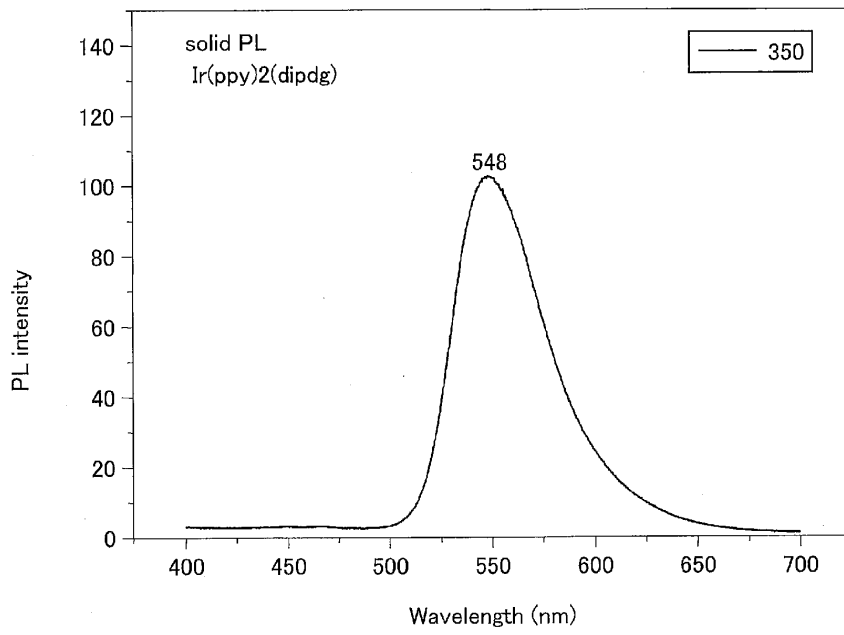
도면26



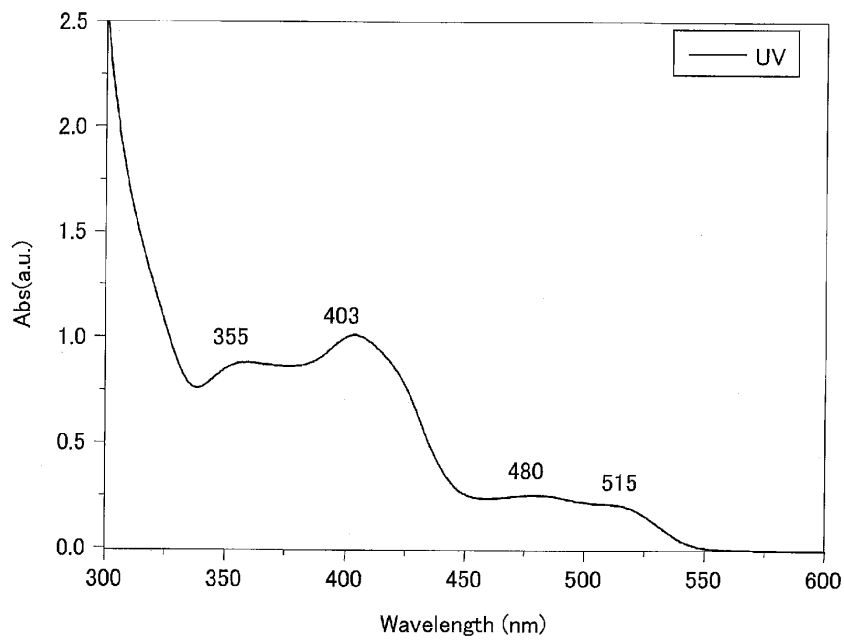
도면27



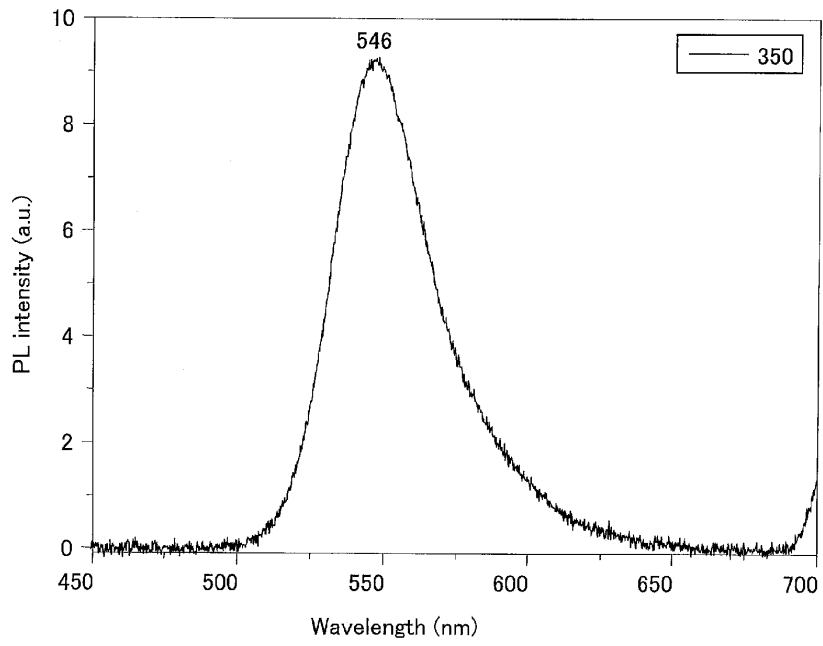
도면28



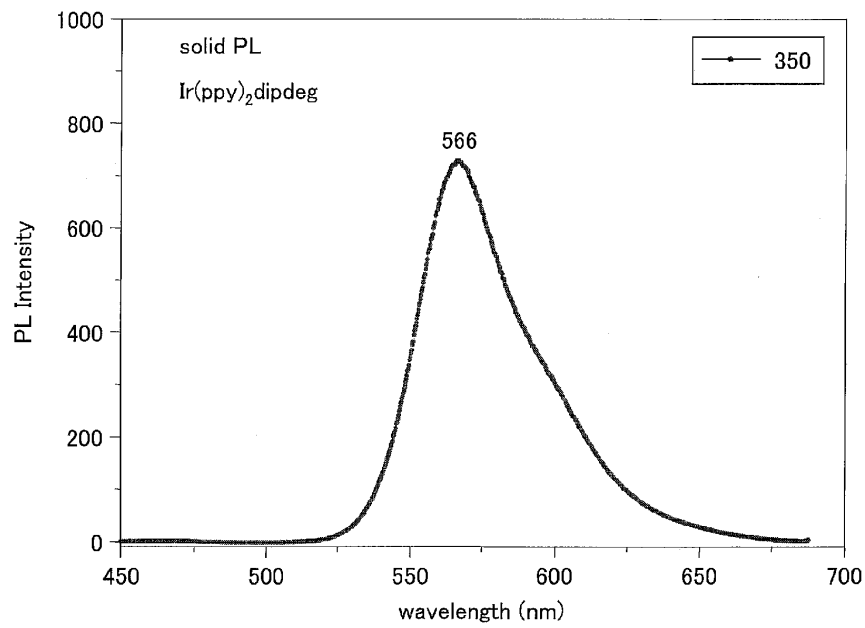
도면29



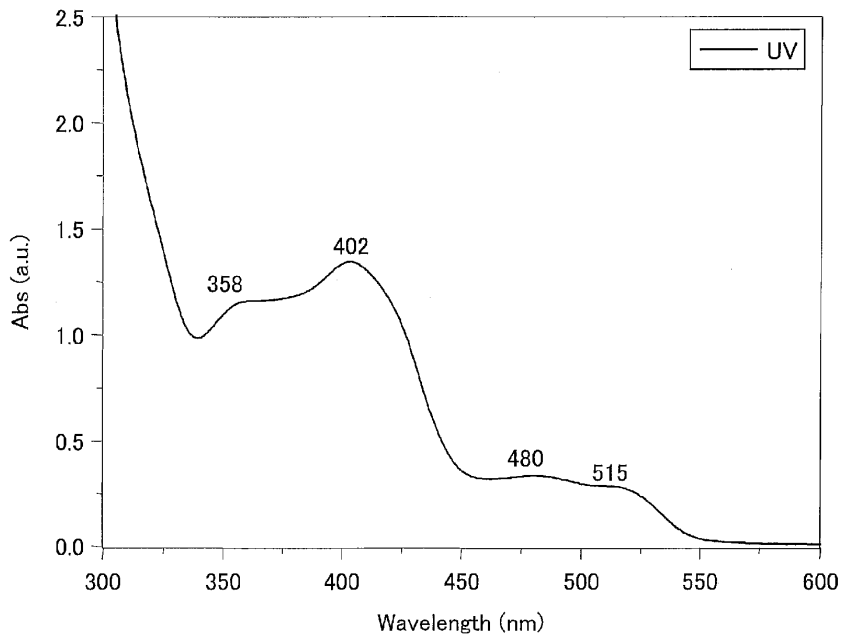
도면30



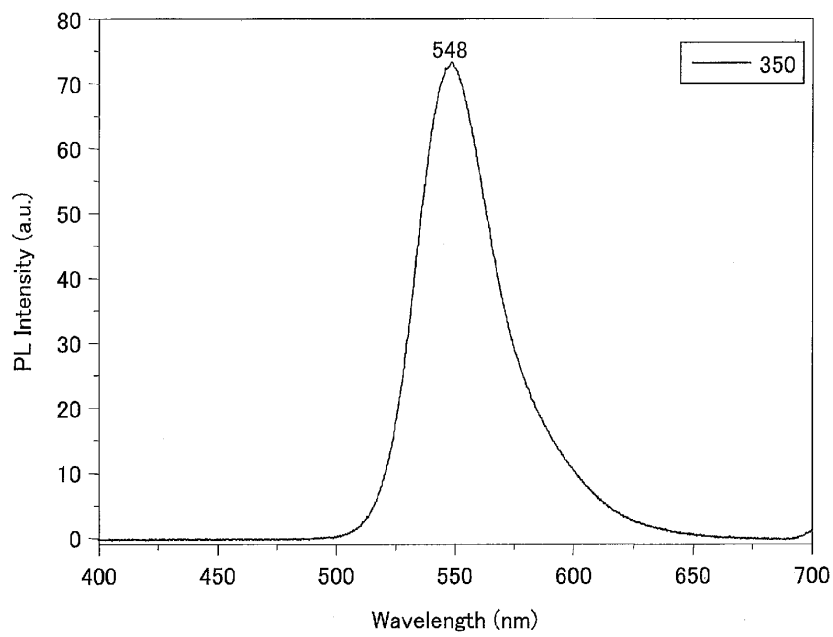
도면31



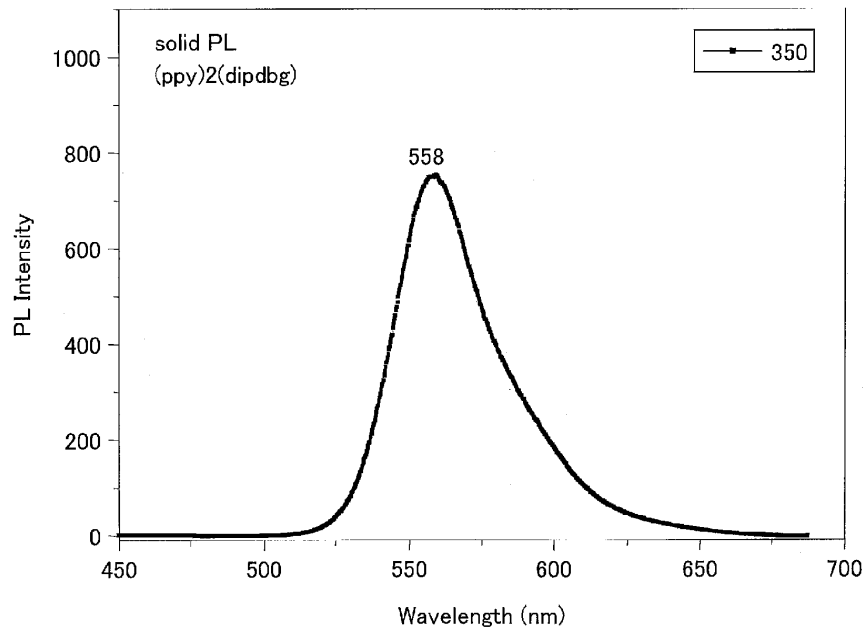
도면32



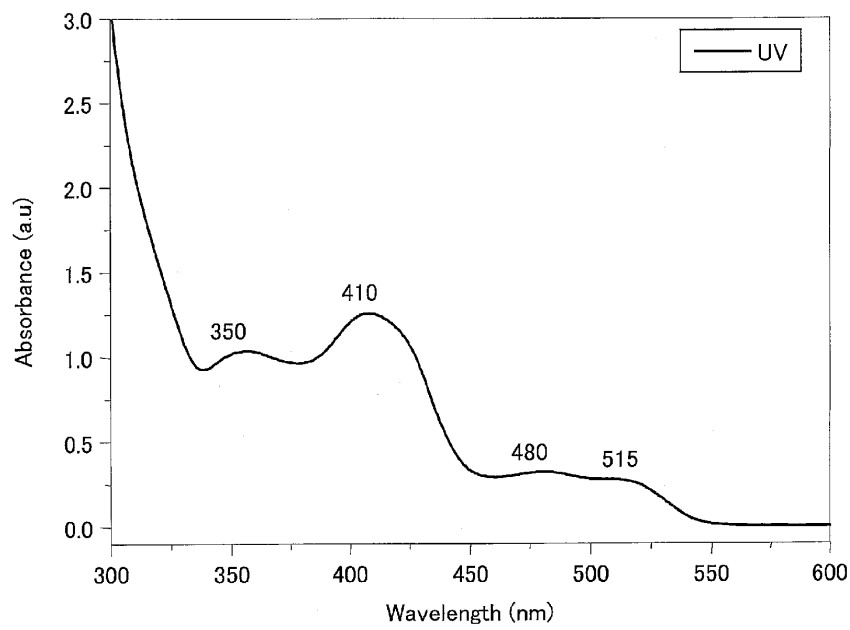
도면33



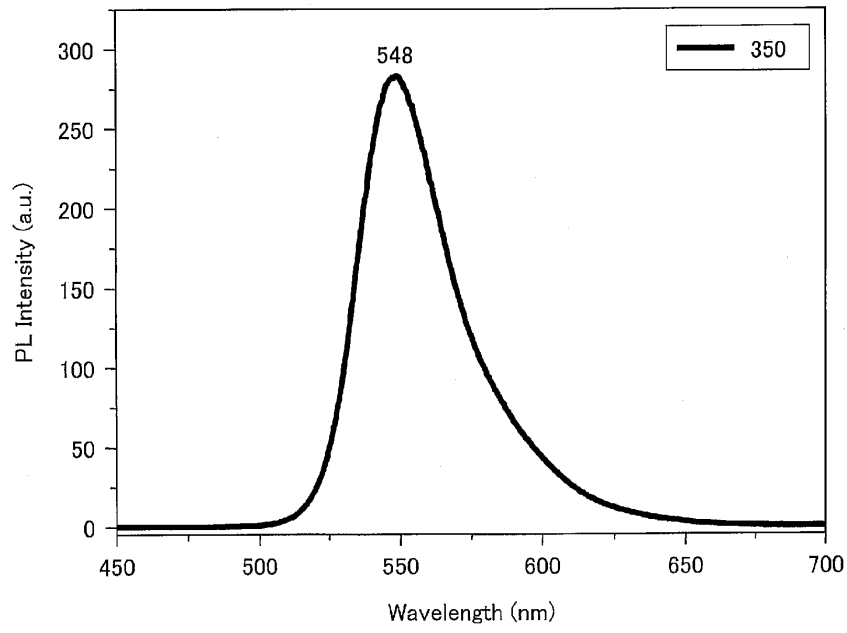
도면34



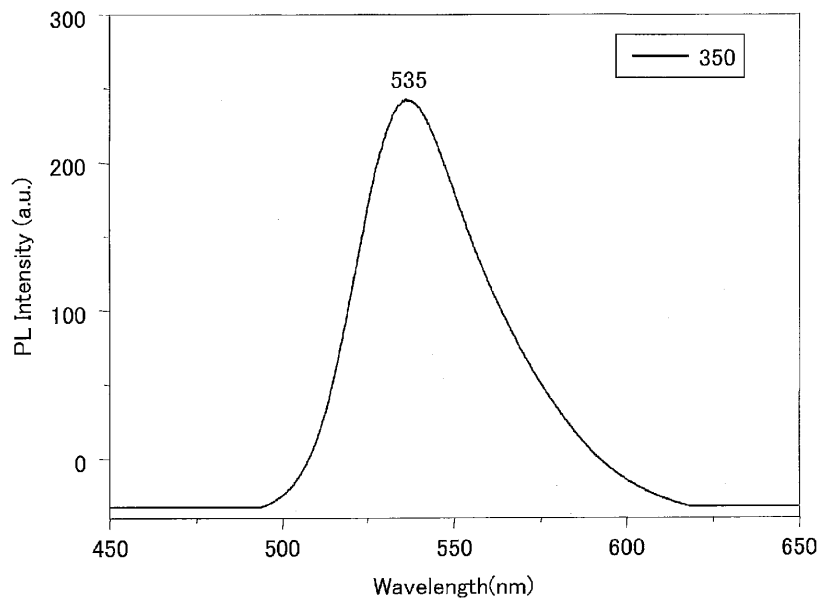
도면35



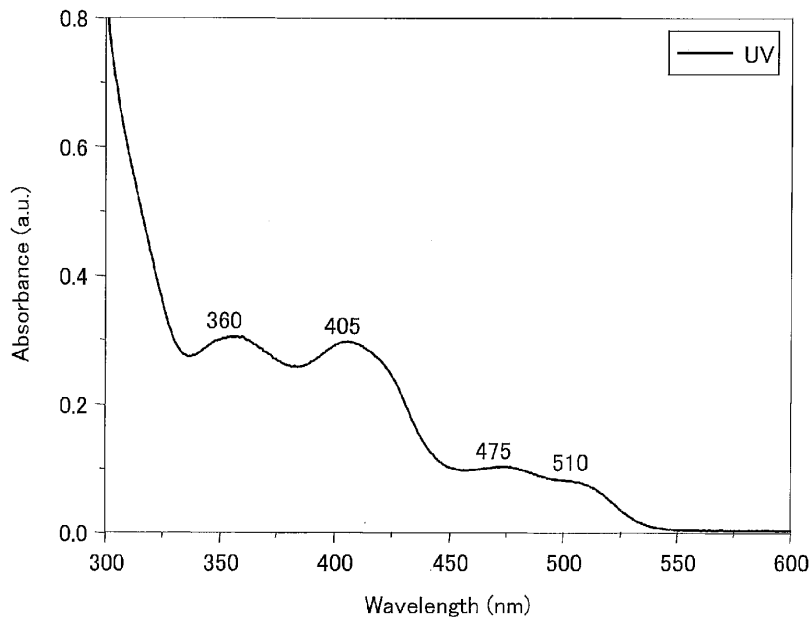
도면36



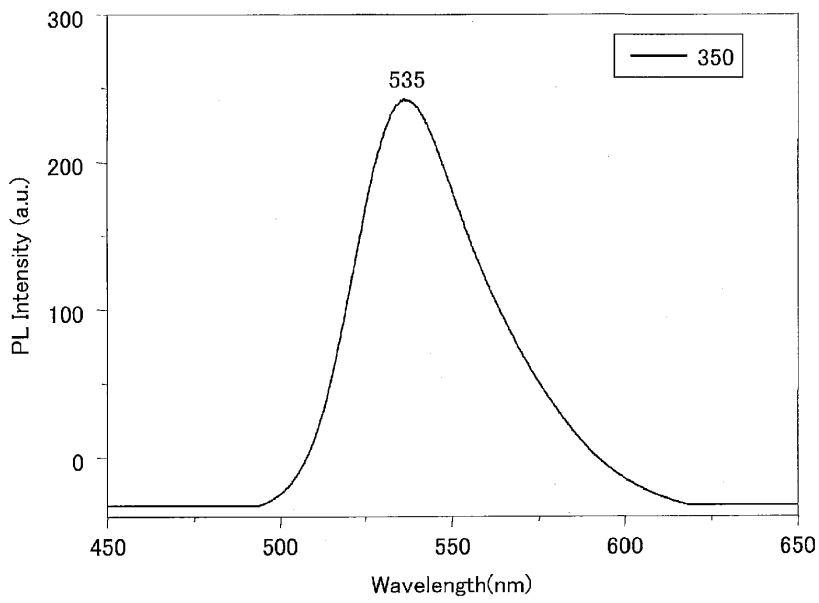
도면37



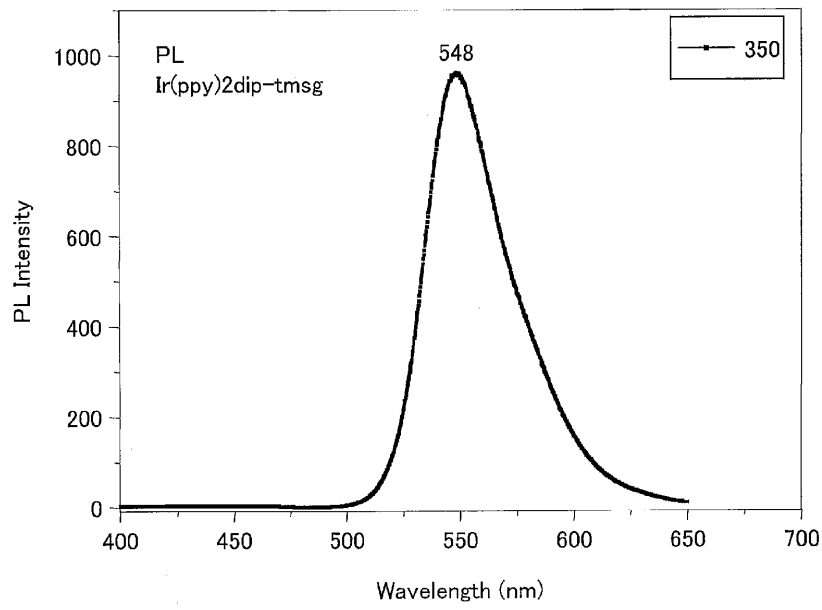
도면38



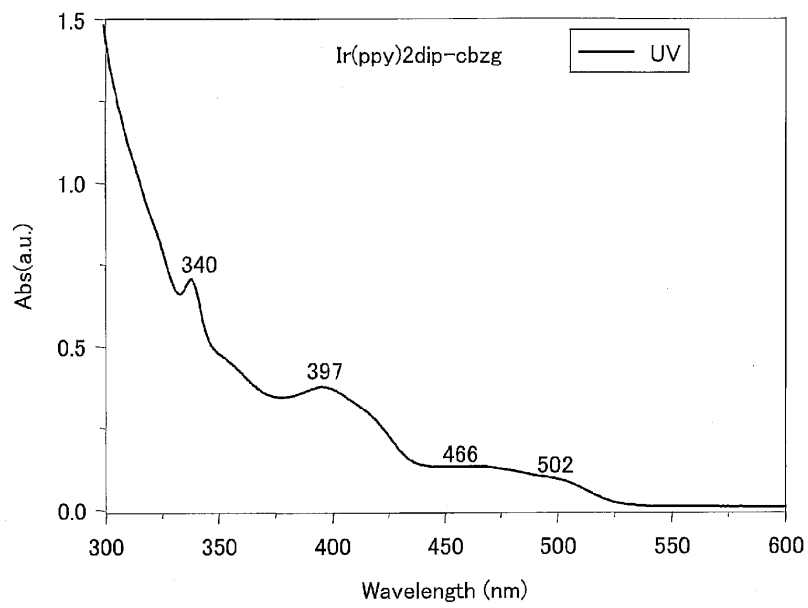
도면39



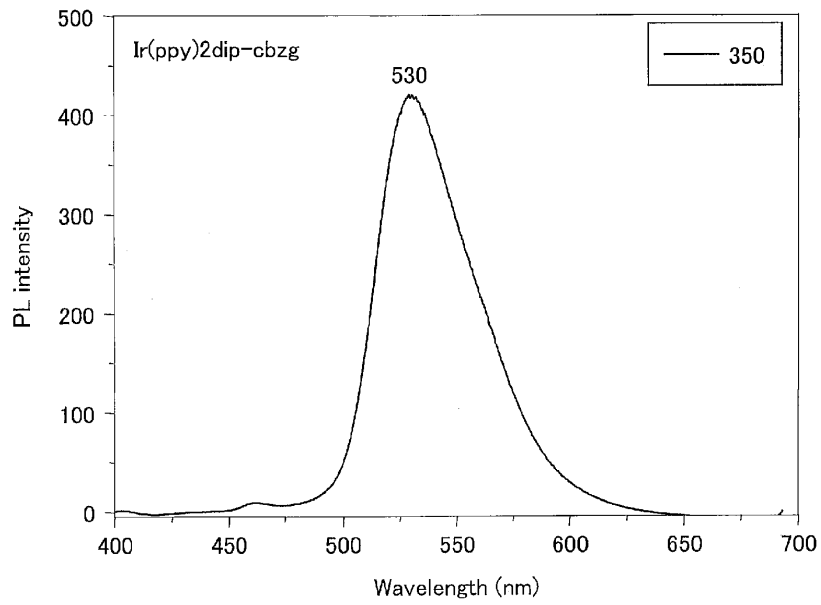
도면40



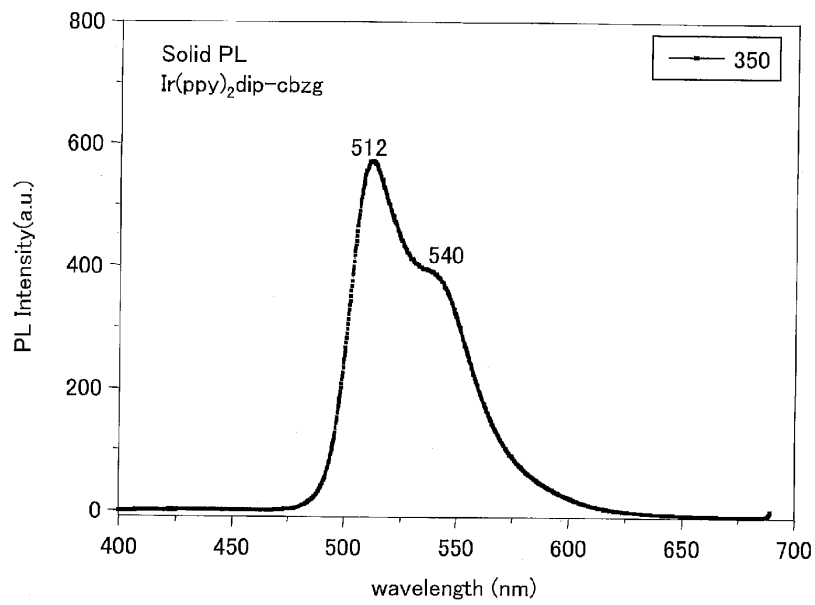
도면41



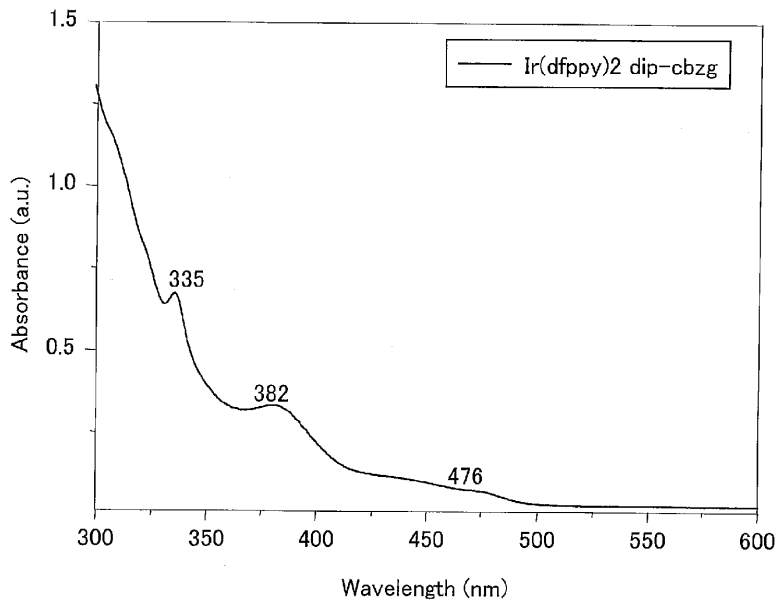
도면42



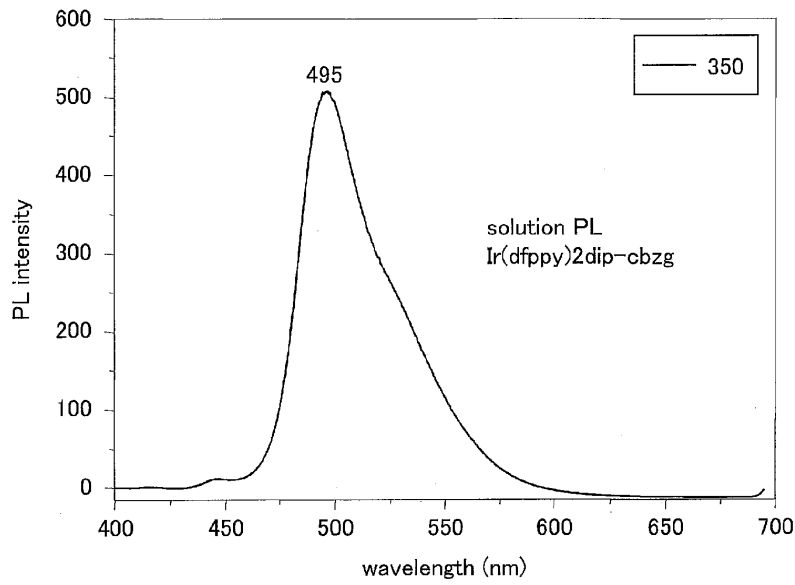
도면43



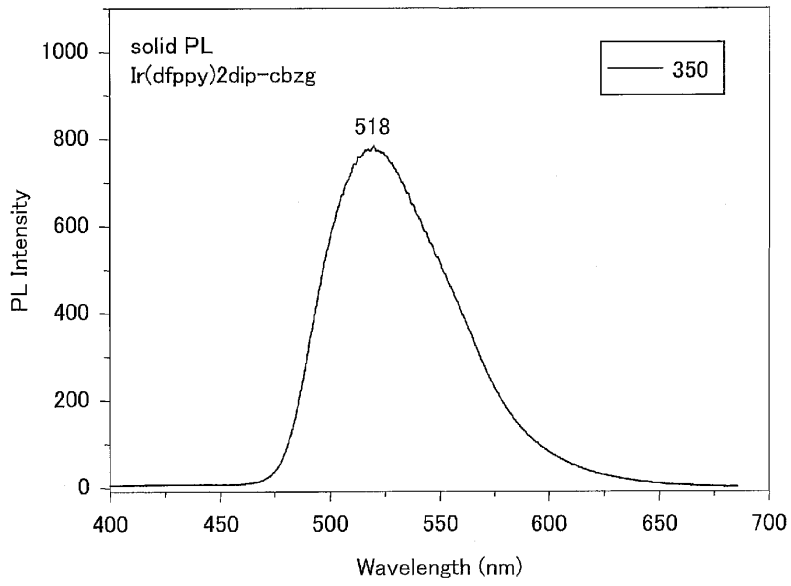
도면44



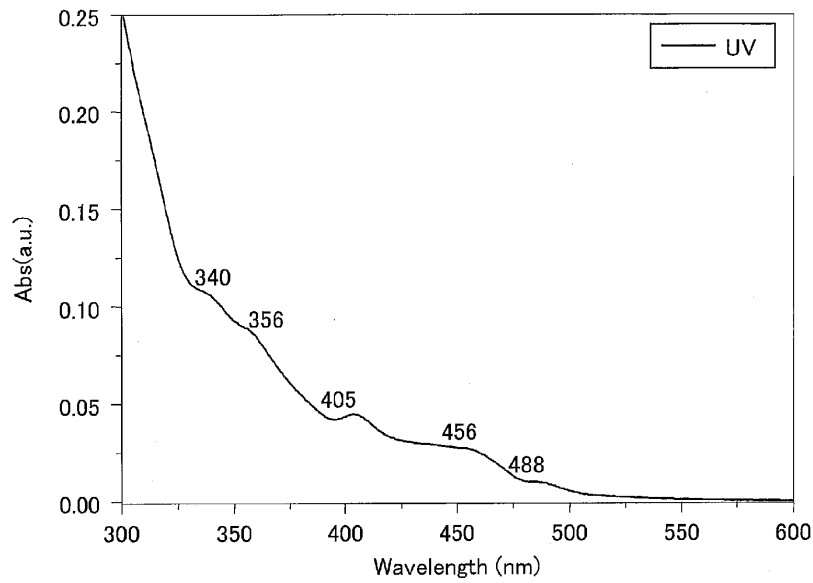
도면45



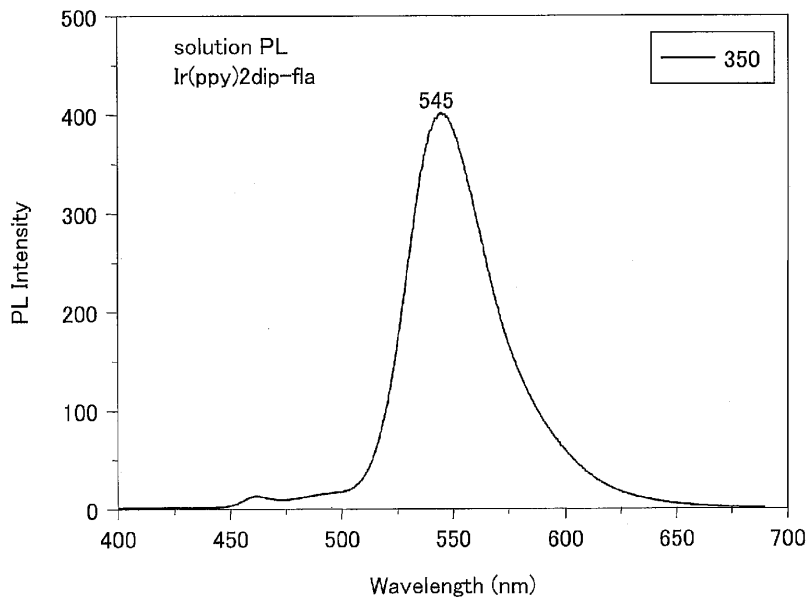
도면46



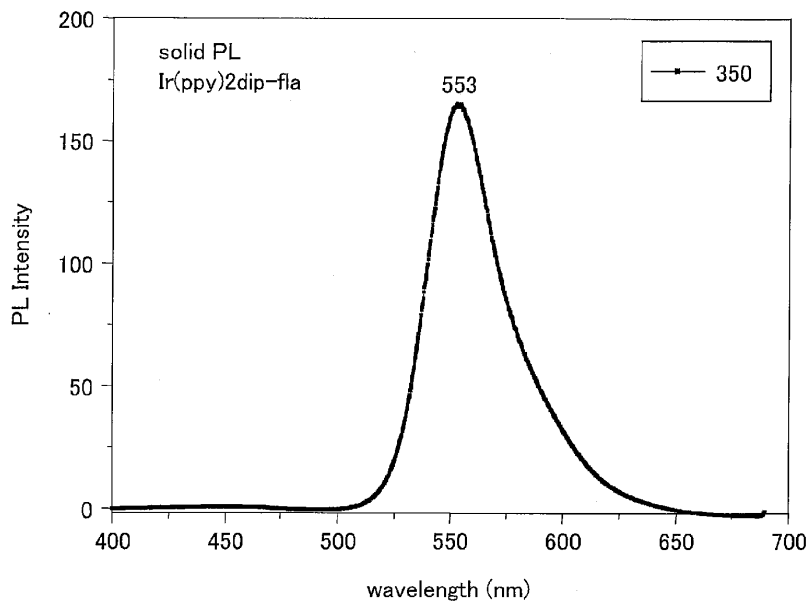
도면47



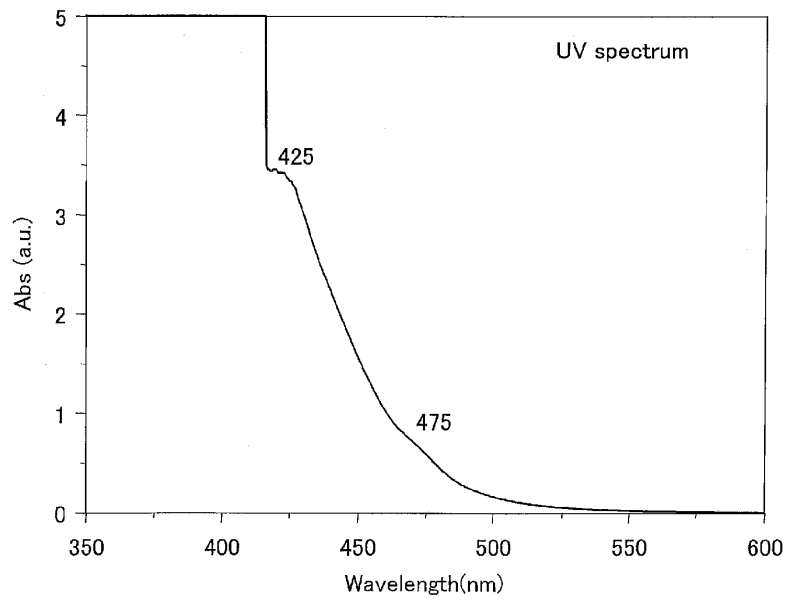
도면48



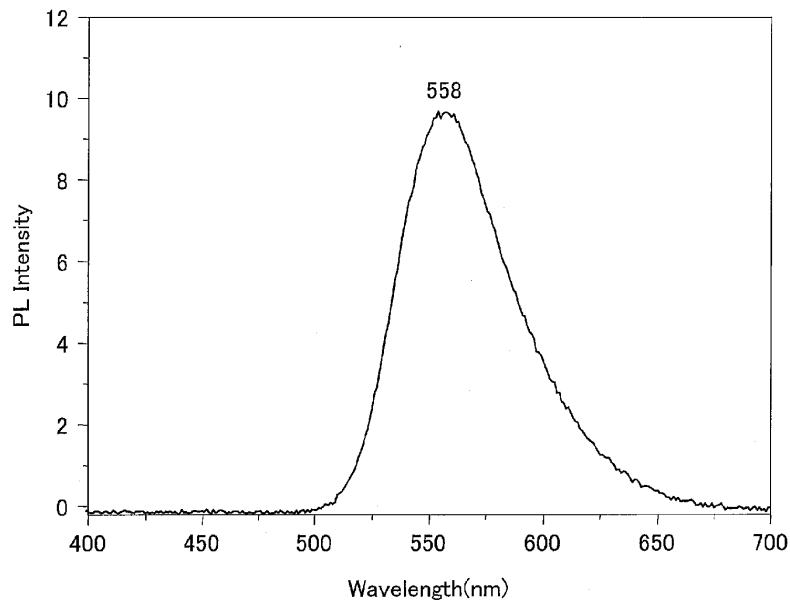
도면49



도면50



도면51



도면52

