



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2010-0071842
(43) 공개일자 2010년06월29일

(51) Int. Cl.

C01G 53/00 (2006.01) B01J 19/10 (2006.01)

C09K 11/06 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2008-0130692

(22) 출원일자 2008년12월19일

심사청구일자 없음

(71) 출원인

엘지디스플레이 주식회사

서울 영등포구 여의도동 20번지

고려대학교 산학협력단

서울 성북구 안암동5가1 고려대학교 내

(72) 발명자

차순욱

경기도 고양시 일산동구 장항동 호수마을 현대아파트 212동 1704호

김성현

서울 강남구 대치3동 66번지 쌍용아파트 5동 1008호

유홍정

서울 강북구 미아7동 SK아파트 140동 1201호

(74) 대리인

박장원

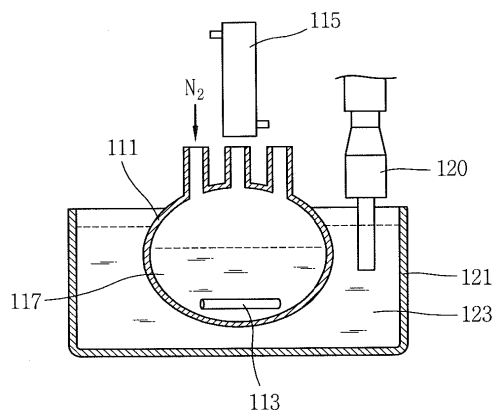
전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 유기전계발광소자 제조용 이리듐 화합물 합성방법

(57) 요약

본 발명은 유기전계발광소자 제조용 이리듐화합물 합성방법에 관한 것으로서, 그 구성은 플라스크 반응기내에 반응물과 용매를 넣는 단계; 및 상기 반응물과 용매에 질소 조건하에서 초음파를 조사하여 가열 및 교반시켜 이리듐 화합물을 합성하는 단계;를 포함하여 구성되며, 본 발명에 따른 유기전계발광소자 제조용 이리듐 화합물 합성방법은 플라스크 반응기에 초음파 프로브를 부착시켜 마그네틱바를 이용한 스테어링(stirring)과 병행하여 초음파를 반응물 내부에 투입시키므로써 기존의 스테어링방법을 통한 용매의 순환뿐만 아니라 용매내의 미세한 와류를 형성시켜 반응물간의 이동과 접촉을 용이하게 해 줄 수 있다.

대표도 - 도2



특허청구의 범위

청구항 1

플라스크 반응기내에 반응물과 용매를 넣는 단계; 및

상기 반응물과 용매에 질소 조건하에서 초음파를 조사하여 가열 및 교반시켜 이리듐 화합물을 합성하는 단계;를 포함하여 구성되는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자 제조용 이리듐화합물 합성방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 반응물은 이리듐 클로라이드 하이드레이트, 리간드 물질, 및 촉매류를 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자 제조용 이리듐화합물 합성방법.

청구항 3

제2항에 있어서, 상기 이리듐 클로라이드로는 이리듐 클로라이드수화물, 이리듐 다이머 착화물을 사용하며, 리간드물질로는 페닐 피리딘 계열, 벤지 이미다졸 계열, 피콜린산 을 사용하며, 촉매류로는 K_2CO_3 , $Ag(OCOCF_3)$, Ag_2O 등의 칼륨 및 은계통의 화합물을 사용하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자 제조용 이리듐화합물 합성방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 초음파 세기는 $10 \sim 1000 \text{ W/m}^2$ 범위에서 선택적으로 조절되는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자 제조용 이리듐화합물 합성방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 초음파는 $10 \sim 190$ 시간동안 조사하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자 제조용 이리듐화합물 합성방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 초음파 조사는 반응물에 직접 조사하거나 또는 반응물외부에 마련된 용매에 간접적으로 조사하여 초음파가 반응물에 전달되도록 하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자 제조용 이리듐화합물 합성방법.

명 세 서

발명의 상세한 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 유기전계 발광소자 제조방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 유기전계 발광소자 제조시에 인광물질로 사용되는 이리듐계 화합물을 초음파를 이용하여 합성하는 유기전계 발광소자 제조용 이리듐 화합물 합성방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 일반적인 유기전계 발광소자는 기관상부에 애노드가 형성되어 있고, 이 애노드 상부에 홀수송층, 발광층, 전자수송층 및 캐소드가 순차적으로 형성되어 있는 구조를 가진다. 여기에서 홀수송층, 발광층 및 전자수송층은 유기 화합물로 이루어진 유기 박막들이다.

[0003] 상술한 바와 같은 구조를 갖는 유기 전계발광소자에 있어서, 발광재료는 그 발광 메커니즘에 따라 일중항 상태의 엑시톤을 이용하는 형광재료와 삼중항 상태를 이용하는 인광재료로 나뉜다.

[0004] 인광재료는 일반적으로 무거운 원자를 함유하는 유기무기화합물 구조를 가지고 있으며, 무거운 원자에 의해 원래 금지 전이이던 삼중항 상태의 엑시톤이 허용 전이 특성을 갖게 되어 인광하게 된다. 인광재료는 75% 생성확

를 갖는 삼중항 엑시톤을 사용할 수 있게 되어 25% 일중항 엑시톤을 이용하는 형광재료보다 매우 높은 발광효율을 가질 수 있다.

- [0005] 삼중항을 이용한 발광재료로는 이리듐, 백금 금속화합물을 이용한 여러 인광재료들이 발표되고 있다. 청색 발광재료는 (4, 6-F2ppy)2Irp적이나 불소화된 ppy 리간드 구조를 기본으로 하는 Ir 화합물이 개발되었으나, (4, 6-F2ppy)2Irp적의 경우 발광색이 스카이블루(sky blue)영역이고, 특히 숄더 피크(shoulder peak)가 매우 커서 색순도 y값이 커지는 단점 등을 보이는 경향이 있다.
- [0006] 또한, 청색 재료에 적합한 호스트 물질의 부재 등으로 인하여 적색, 녹색 인광재료에 비해 매우 낮은 효율 및 수명이 문제되고 있어 짙은 청색(deep blue) 발광의 고효율 장수명 청색 인광재료의 개발이 매우 시급한 상황이다.
- [0007] 이러한 발광재료중에서, 기존의 이리듐 화합물의 합성방법에 대해 도 1을 참조하여 설명하면 다음과 같다.
- [0008] 도 1은 종래기술에 따른 이리듐 화합물의 합성방법을 설명하기 위한 기존의 반응기 형태를 개략적으로 나타낸 도면이다.
- [0009] 도 1을 참조하면, 플라스크 반응기(11)내에 반응물, 예를들어 이리듐 클로라이드 하이드레이트, 리간드 물질, 촉매를 용매에 녹여 가열하고, 질소(N₂)를 퍼지게 하면서 냉각기(15)를 통해 환류시킨다.
- [0010] 이때, 상기 반응기(11)내부에 마그네틱바(13)를 넣어서 이 마그네틱바(13)를 이용하여 스테어링(stirring)을 해주면서 가열하여 반응을 진행한다.
- [0011] 이렇게 마그네틱바(13)를 통한 스테어링방법은 용매를 순환시켜 생긴 와류를 통해 반응물(11)이 잘 섞이고, 접합되면서 반응을 유도하는 방법으로 그 속도와 생성되는 와류의 종류에 따라 반응의 수율을 결정한다.
- [0012] 그러나, 기존 기술의 경우에, 용매의 순환만으로 생기는 와류만으로는 그 효율이 높지 못해서 실제 예에서 반응물간의 접합과 이동이 매우 더디고 반응의 결과물이 반응물간의 이동을 방해하는 영향으로 인해 반응시간이 12시간에서 48시간까지 매우 오래 시간이 필요하게 되었다.
- [0013] 특히, 반응물에서 문제가 되는 전구체, 즉 이리듐 클로라이드, 이리듐 클로라이드 다이머 등의 용매에 대한 낮은 용해도로 인한 반응 수율의 저하와 반응후 잔존해 있는 전구체의 처리 기술의 부족으로 인한 긴 반응 시간이 필요하게 되었다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

- [0014] 이에 본 발명은 상기 종래기술의 제반 문제점을 해결하기 위하여 안출한 것으로서, 초음파를 반응기에 적용하여 반응수율을 향상시키고, 부생성물의 비율을 감소시켜 반응의 효율을 향상시킬 수 있는 유기전계발광소자 제조용 이리듐화합물 합성방법을 제공함에 있다.

과제 해결수단

- [0015] 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명에 따른 유기전계발광소자 제조용 이리듐화합물 합성방법은, 플라스크 반응기내에 반응물과 용매를 넣는 단계; 및 상기 반응물과 용매에 질소 조건하에서 초음파를 조사하여 가열 및 교반시켜 이리듐 화합물을 합성하는 단계;를 포함하여 구성되는 것을 특징으로 한다.

효 과

- [0016] 본 발명에 따른 유기전계발광소자 제조용 이리듐 화합물 합성방법에 의하면 다음과 같은 효과가 있다.
- [0017] 본 발명에 따른 유기전계발광소자 제조용 이리듐 화합물 합성방법은 플라스크 반응기에 초음파 프로브를 부착시켜 마그네틱바를 이용한 스테어링(stirring) 과 병행하여 초음파를 반응물에 조사하므로써 기존의 스테어링방법을 통한 용매의 순환뿐만 아니라 용매내의 미세한 와류를 형성시켜 반응물간의 이동과 접합을 용이하게 해 줄 수 있다.
- [0018] 또한, 본 발명은 특정 반응물의 경우 거의 모든 용매에 낮은 용해도를 보여 초음파를 이용하여 반응물의 용해도를 향상시키거나, 용해되지 않은 반응물을 과쇄하여 표면적을 향상시켜서 용매에 용해된 이온 상태의 반응 뿐만

아니라 용해되지 않은 고체 표면상의 반응도 유도하여 전체적인 반응 수율을 향상시키고, 반응시간을 단축시킬 수 있다. 특히, 초음파 영향으로 인해 이리듐 클로라이드 물질에서 이리듐 원자와 클로라이드 원자의 결합을 끊어 주므로써 반응이 더 많이 진행되게 된다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

- [0019] 이하, 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 유기전계발광소자 제조용 이리듐화합물 합성방법에 대해 첨부된 도면을 참조하여 상세히 설명한다.
- [0020] 도 2는 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 유기전계발광소자 제조용 이리듐화합물 합성방법에 있어서, 초음파를 적용한 반응기 형태를 개략적으로 도시한 도면이다.
- [0021] 도 3은 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 유기전계발광소자 제조용 이리듐 화합물 합성방법에 있어서, 초음파 적용시간에 따른 전환율 변화를 나타낸 그래프이다.
- [0022] 도 4는 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 유기전계발광소자 제조용 이리듐 화합물 합성방법에 있어서, $n(\text{IrCl}_3/\text{리간드})$ 에 따른 전환율과 선택도 변화를 나타낸 그래프이다.
- [0023] 도 5는 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 유기전계발광소자 제조용 이리듐 화합물 합성방법에 있어서, 초음파 세기에 따른 전환율과 선택도 및 수율 변화를 나타낸 그래프이다.
- [0024] 도 6은 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 유기전계발광소자 제조용 이리듐 화합물 합성방법에 있어서, 초음파 적용시간에 따른 전환율 변화를 나타낸 그래프이다.
- [0025] 도 2를 참조하면, 먼저 플라스크 반응기(111)내에 반응물(117)을 용매에 녹여 가열하고, 질소를 퍼징하면서 냉각기(120)를 통해 환류시킨다. 이때, 상기 반응기 (111)내부에 마그네틱바(113)를 넣어서 스테어링(stirring)시킨다. 또한, 상기 반응물(117)로는 이리듐 클로라이드 하이드레이트, 리간드 물질, 및 촉매류가 포함된다. 이때, 상기 이리듐 클로라이드로는 이리듐 클로라이드수화물, 이리듐 다이머 착화물을 사용하며, 리간드물질로는 페닐 피리딘 계열, 벤지 이미다졸 계열, 피롤린산 을 사용하며, 촉매류로는 K_2CO_3 , $\text{Ag}(\text{OCOCF}_3)$, Ag_2O 등의 칼륨 및 은계통의 화합물을 사용한다.
- [0026] 그다음, 외부에 수조(121)를 장착시켜 수조(113)내에 초음파 전달이 용이한 용매(123)를 채우고 이 용매(123)에 초음파 프로브(120)를 담겨 용매(123)를 통해 반응기(111)에 초음파가 전달되도록 한다. 이때, 상기 초음파 세기는 $10 \sim 1000 \text{ W/m}^2$ 범위를 가지며, 초음파 조사 시간은 $10 \sim 190$ 시간내의 범위에서 조절하며, 반응온도는 $40 \sim 250 \text{ }^\circ\text{C}$ 로 조절한다.
- [0027] 여기서, 본 발명에서는 반응기(111) 외부에 장착된 수조(121)내에 용매(123)를 채운 상태에서 초음파를 조사하여 반응물에 초음파 영향이 미치도록 하는 경우에 대해 설명하고 있지만, 이 이외에 초음파를 반응기(111)내에 첨가된 반응물 (117)에 직접 조사할 수도 있음을 밝혀 두기로 한다.
- [0028] 이렇게 하여, 초음파가 반응물에 미치게 하므로써, 이리듐과 클로라이드의 결합력을 끊어서 이온 상태로 더 쉽게 만들어 준다.
- [0029] 이러한 공정으로 초음파를 이용하여 이리듐계 화합물 합성방법에 대해, 이리듐화합물($\text{Fe}_2\text{MeIrpic}$ 및 $\text{Ir}(\text{pmb})_3$) 합성의 실시예를 통해 설명하도록 한다.
- [0030] 1) 제1 실시예: $\text{F}_2\text{MeIrpic}$ 합성에서의 실시예
- [0031] 가. $(\text{F}_2\text{Meppy})_2\text{Ir}(\text{l-Cl})\text{Ir}(\text{F}_2\text{Meppy})_2(\text{Ir-dimer})$ 합성
- [0032] 먼저, 2-에톡시에탄올(100 ml)에 질소가스를 주입하며, 약 30분간 교반한 뒤에 이리듐 클로라이드수화물(Iridiumchloride trichloride hydrate) (4 m mol)과 2-(2, 4-difluorophenyl)-4-methylpyridine(10 m mol)을 넣고 질소 분위기하에서 초음파를 12 시간동안 조사하여 가열하고 교반한다. 이때, 상기 초음파의 세기는 10 부터 1000 W/m^2 까지 선택적으로 조절가능하며, 초음파의 조사 범위는 10 내지 190 시간에서 선택적으로 조절가능하다.
- [0033] 그다음, 상기 결과물에 염산(HCl)을 첨가하고, 필터를 사용하여 여과한뒤 염산과 물, 메탄올을 이용하여 세척한

다.

[0034] 이어서, 이를 다시 진공오븐에서 3시간동안 건조하여 이리듐 다이머 착화물을 생성한다.

[0035] 나. $(F_2MeIrpic)$ 합성

[0036] 그다음, 유기용매 DME(60ml)에 질소를 주입하여 교반한후 이리듐 다이머 착화물(0.4 m mol)과 피콜린산(picolinic acid; 리간드물질)(2 m mol)을 넣고, 염기로 $2NK_2CO_3$ (10 ml)나 $Ag(OCOCF_3)$ 를 첨가한 다음 질소 대기 하에서 초음파를 48시간동안 조사하여 가열하며 교반한다. 이때, 상기 초음파의 세기는 10 부터 1000 W/m^2 까지 선택적으로 조절가능하며, 상기 초음파의 조사범위는 10 내지 190 시간에서 선택적으로 조절가능하다.

[0037] 이어서, 상기 결과물에 물을 첨가하고, 여과한후 물을 이용하여 세척한후 진공오븐에서 3시간동안 건조하여 이리듐화합물($F_2MeIrpic$)를 얻는다.

[0038] 2) 제2실시예: $Ir(pmb)_3$ 합성에서의 실시예

[0039] 가. $[(pmb)_2IrCl]_2$ 합성

[0040] 먼저, 250 ml 플라스크용기에 실버(I) 옥사이드 (5.590 g , 24.1 m mol), 1-phenyl-3-methylbenzidium iodide (6.6756 g , 20.1 m mol), 이리클로라이드 히드레이트 (irichloride hydrate) (1.50 g , 5.02 m mol)를 2- 에톡시 에탄올 (2-ethoxyethanol) 50 ml 에 녹인다.

[0041] 그다음, 오일조(oil bath)내에서 $120 \text{ }^\circ\text{C}$ 로 질소분위기에서 알루미늄 호일을 사용하여 외부 빛을 차단시키면서 초음파를 24시간 동안 조사하여 가열하면서 교반시킨다. 이때, 상기 초음파의 세기는 10 부터 1000 W/m^2 까지 선택적으로 조절가능하며, 상기 초음파의 조사범위는 10 내지 190 시간에서 선택적으로 조절가능하다.

[0042] 이어서, 이렇게 하여 얻어진 결과물을 상온으로 식히고, 감압 증류시킨 다음 플래쉬 컬럼 크로마토 그래피로 실버솔트(silver salt)를 제거하고 에탄올을 첨가하여 노란색의 침전물을 얻는다.

[0043] 그다음, 침전물을 여과시키고, 에탄올에 씻어 진공오븐에서 3시간정도 건조하여 이리듐화합물을 얻는다.

[0044] 나. Iridium (III)Tris(1-phenyl-3-methylbenzimidazolin-2-ylidene-C,C2'), $Ir(pmb)_3$ 합성

[0045] 한편, 250 ml 플라스크 용기에 실버(I)옥사이드(0.0886 g , 0.382 mmol), 1-phenyl-3-methylbenzimidazolium iodide (0.225 g , 0.669 mmol), $[(pmb)_2IrCl]_2$ (0.412 g , 0.669 mmol), $[(pmb)_2IrCl]_2$ (0.412 g , 0.319 mmol)를 1, 2-디클로로에탄 ($1, 2\text{-dichloroethane}$) (50 ml)에 녹인다.

[0046] 그다음, 오일조(oil bath)내에서 $120 \text{ }^\circ\text{C}$ 로 외부 빛을 차단시키면서 초음파를 24시간 동안 조사하여 가열하면서 교반시킨다. 이때, 상기 초음파의 세기는 10 부터 1000 W/m^2 까지 선택적으로 조절가능하며, 상기 초음파의 조사범위는 10 내지 190 시간에서 선택적으로 조절가능하다.

[0047] 이렇게 얻어진 결과물을 상온으로 식히고 감압증류시킨 다음 플래쉬 컬럼 크로마토 그래피로 실버솔트(silver salt)를 제거하고, 여과시키면 흰색 결과물을 얻는다.

[0048] 그다음, 이 결과물에는 메리디아날(meridional), 페이스(facial) 이성질체가 3:1 비율로 섞여 있다.

[0049] 이렇게 하여, 컬럼 크로마토 그래피를 이용하여 mer- $Ir(pmb)_3$ 과 fac- $Ir(pmp)_3$ 로 분리한다.

[0050] 이렇게 하여, 초음파의 높은 주파수의 에너지가 이리듐 클로라이드수화물내의 이리듐과 클로라이드 간의 결합을 끊어 이온상태 또는 라디칼 상태로 만들어 준다.

[0051] 따라서, 본 발명에서 초음파를 이용하여 이리듐 화합물을 합성하는 경우에, 기존 반응과 같이 클로라이드를 촉매반응을 통해서 이리듐과의 결합을 끊고 리간드와의 결합을 만들어 내는 방법보다 더 쉽게 이온 상태나 라디칼 상태의 이리듐을 만들어 반응이 빠르고 더 많이 진행시켜 준다.

[0052] 도 3에 도시된 바와 같이, 초음파를 이용하여 반응을 진행한 결과, 기존 반응 방법보다 반응시간이 약 10~60% 시간 정도 단축되고, 반응수율이 약 20~30% 정도 향상됨을 알 수 있다.

[0053] 그 이유는 초음파가 반응물의 이동을 원활히 해 주어서 각 반응물이 반응 사이트(site)로 이동할 가능성을 증가

시켜 주며, 반응으로 인해 생성된 결과물을 반응사이트로부터 빠르게 제거시켜 주기 때문이다.

- [0054] 또한, 반응물의 용해도가 낮은 $\text{IrCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 와 Ir 다이머(dimer)의 경우 용매에 용해되지 못한 반응물을 초음파가 분산성을 좋게 해 주기 때문에 기존 반응보다 더 좋은 결과가 얻어진다.
- [0055] 한편, 도 4에 도시된 바와 같이, 본 발명의 제1 실시예인 $(\text{F}_2\text{Meppy})_2\text{Ir} \quad (\text{l-Cl})\text{Ir} (\text{F}_2\text{Meppy})_2(\text{Ir-dimer})$ 합성반응에서 반응물인 $\text{IrCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 와 리간드(ligand)의 몰 비가 반응의 전환율(conversion)과 선택도(selectivity)에 영향을 주는데, 이론상의 "n"이 0.5 인 것을 기준으로 "n"이 감소할수록 반응에 참여하는 리간드의 양이 증가하여 전환율은 증가하지만, 선택도는 감소하게 된다.
- [0056] 따라서, 도 4에서와 같이, 이 전환율과 선택도의 최적화되는 몰 비는 약 0.46, 즉 $\text{IrCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} : \text{리간드}$ 비가 1 : 2.17 인 것이 바람직하다.
- [0057] 또한, 본 발명의 리간드화합물의 합성의 제2 실시예에서, 초음파를 사용한 경우에 나타난 결과들에 대해 살펴보면 다음과 같다.
- [0058] 초음파를 사용한 실험 결과가 기존 조건의 실험 결과와 비교하여 볼때 반응시간과 수율 측면에서 향상됨을 알 수 있다.
- [0059] 특히, 이리듐 다이머 합성실험(나)의 경우, 이리듐과 리간드의 탄소원자간의 결합력이 낮아서 기존의 이리듐 화합물의 이리듐과 질소원자간의 결합반응보다 수율이 낮게 나온다.
- [0060] 따라서, 이러한 낮은 수율의 반응을 초음파를 이용하여 결합을 용이하게 하고, 반응 효율을 향상시켜 수율의 향상시킬 수 있다.
- [0061] 또한, 도 5에 도시된 바와 같이, 초음파의 세기를 증가함에 따라 반응 전환율이 증가할 뿐만 아니라 이리듐 다이머 형성을 증가시켜 선택도 역시 증가시키게 된다.
- [0062] 그리고, 다이머 합성 반응에서 생성되는 부산물의 양이 초음파 반응에서는 생성되지 않으므로써 수율이 더 향상된다.
- [0063] 한편, 도 6은 초음파를 사용하여 반응시간이 늘어 났을때 변화하는 전환율 및 선택도 변화를 나타낸 것이다.
- [0064] 도 6에 도시된 바와 같이, 초음파 조사 시간을 기존 24시간부터 190시간까지 48시간 간격으로 측정하여 보았을 때 기존 방법으로 수행한 실험 결과는 전환율 및 선택도가 48시간 이후부터 거의 일정하게 수렴하는 것을 알 수 있다. 특히, 이때 전환율은 증가하는 한편, 이리듐 다이머(Ir-dimer)의 선택성은 거의 일정하게 유지되는 것을 알 수 있다.
- [0065] 하지만, 도면에는 도시하지 않았지만, 초음파를 이용한 실험 결과 역시 48시간 이후부터 수렴하며, 초음파를 이용한 실험에서의 수율이 기존 방법보다 최대 3배 이상 증가한다.
- [0066] 이상에서와 같이, 본 발명에 따른 유기전계발광소자 제조용 이리듐 화합물 합성방법은 플라스크 반응기내부에 초음파 프로브를 부착시켜 마그네틱바를 이용한 스테어링(stirring) 과 병행하여 초음파를 반응물 내부에 투입시키므로써 기존의 스테어링방법을 통한 용매의 순환뿐만 아니라 용매내의 미세한 와류를 형성시켜 반응물간의 이동과 접촉을 용이하게 해 줄 수 있다.
- [0067] 또한, 본 발명은 특정 반응물의 경우 거의 모든 용매에 낮은 용해도를 보여 초음파를 이용하여 반응물의 용해도를 향상시키거나, 용해되지 않은 반응물을 파쇄하여 표면적을 향상시켜서 용매에 용해된 이온 상태의 반응 뿐만 아니라 용해되지 않은 고체 표면상의 반응도 유도하여 전체적인 반응 수율을 향상시키고, 반응시간을 단축시킬 수 있다. 특히, 초음파 영향으로 인해 이리듐 클로라이드 물질에서 이리듐 원자와 클로라이드 원자의 결합을 끊어 주므로써 반응이 더 많이 진행되게 된다.
- [0068] 한편, 상기에서는 본 발명의 바람직한 실시예를 참조하여 설명하였지만, 해당 기술분야의 숙련된 자는 하기의 특허청구의 범위에 기재된 본 발명의 사상 및 영역으로부터 벗어나지 않는 범위내에서 본 발명을 다양하게 수정 및 변경시킬 수 있음을 이해할 수 있을 것이다.

도면의 간단한 설명

- [0069] 도 1은 종래기술에 따른 이리듐 화합물의 합성방법을 설명하기 위한 기존의 반응기 형태를 개략적으로 나타낸

도면이다.

[0070] 도 2는 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 유기전계발광소자 제조용 이리듐화합물 합성방법에 있어서, 초음파를 적용한 반응기 형태를 개략적으로 도시한 도면이다.

[0071] 도 3은 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 유기전계발광소자 제조용 이리듐 화합물 합성방법에 있어서, 초음파 적용시간에 따른 전환율 변화를 나타낸 그래프이다.

[0072] 도 4는 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 유기전계발광소자 제조용 이리듐 화합물 합성방법에 있어서, $n(\text{IrCl}_3/\text{리간드})$ 에 따른 전환율과 선택도 변화를 나타낸 그래프이다.

[0073] 도 5는 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 유기전계발광소자 제조용 이리듐 화합물 합성방법에 있어서, 초음파 세기에 따른 전환율과 선택도 및 수율 변화를 나타낸 그래프이다.

[0074] 도 6은 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 유기전계발광소자 제조용 이리듐 화합물 합성방법에 있어서, 초음파 적용시간에 따른 전환율 변화를 나타낸 그래프이다.

[0075] *** 도면의 주요 부분에 대한 부호 설명 ***

[0076] 111 : 반응기 113 : 마그네틱바

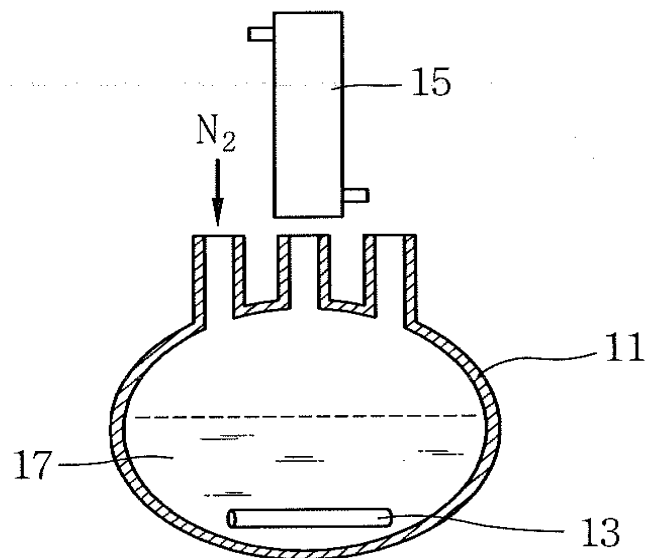
[0077] 115 : 냉각기 117 : 반응물

[0078] 120 : 초음파 프로브 121 : 수조

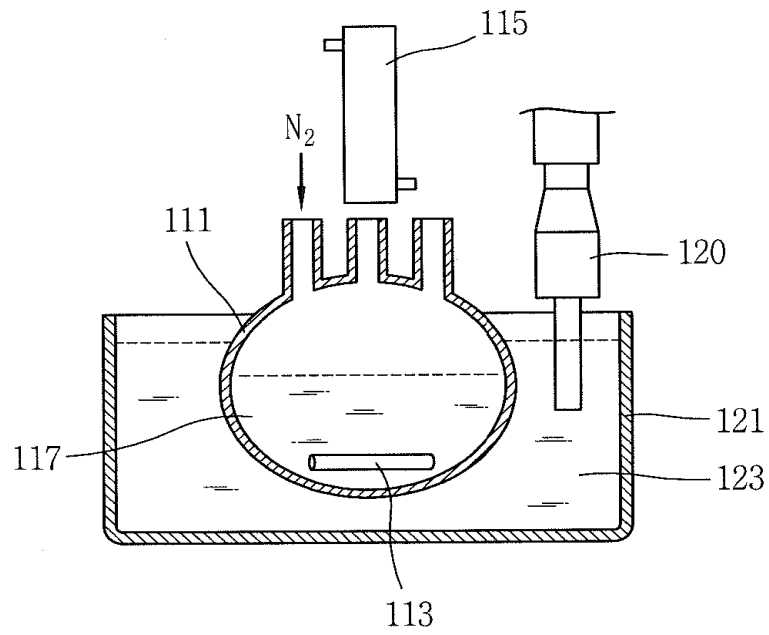
[0079] 123 : 용매

도면

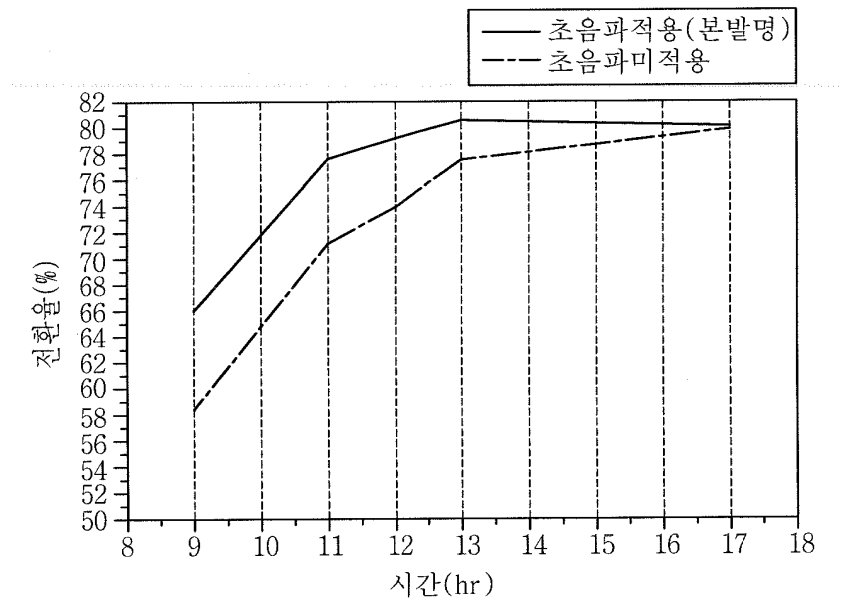
도면1



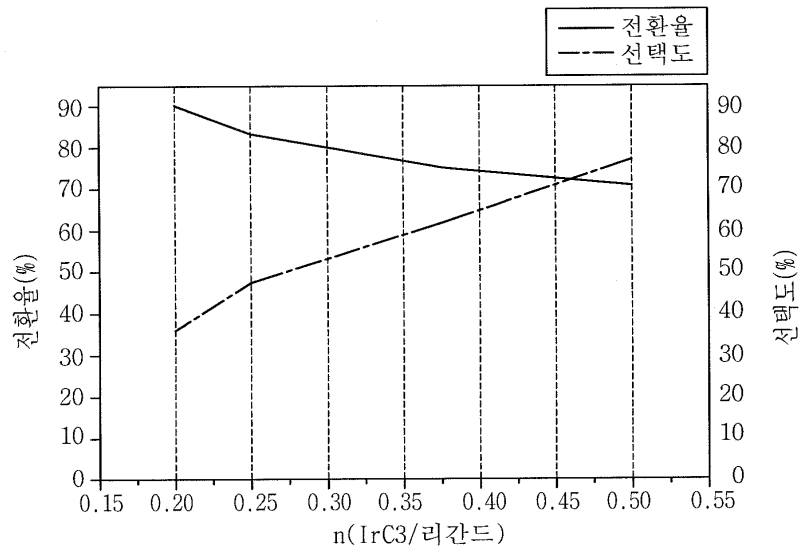
도면2



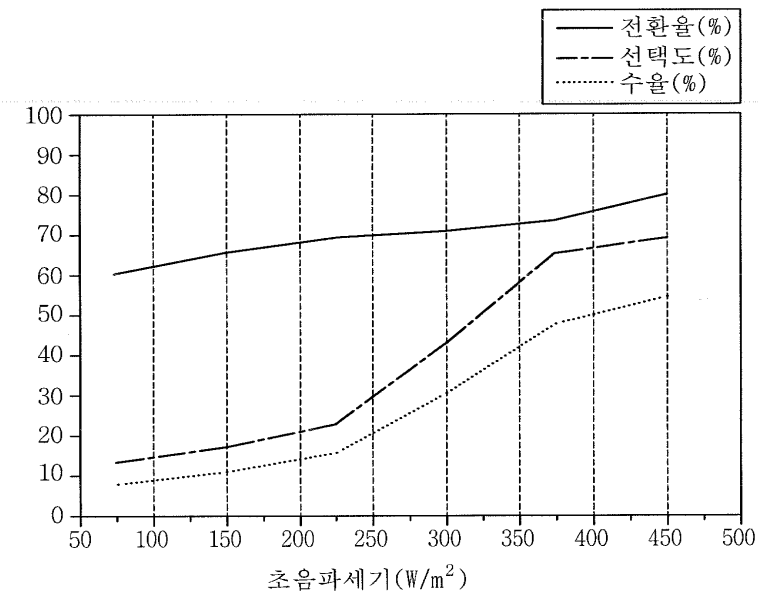
도면3



도면4



도면5



도면6

