



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2019-0077612
(43) 공개일자 2019년07월03일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C07F 15/00 (2006.01) **C09K 11/06** (2006.01)
H01L 51/50 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C07F 15/00 (2013.01)
C07F 15/0033 (2013.01)
- (21) 출원번호 **10-2019-7018335**(분할)
- (22) 출원일자(국제) 2012년12월12일
 심사청구일자 2019년06월25일
- (62) 원출원 특허 10-2019-7004213
 원출원일자(국제) 2012년12월12일
 심사청구일자 2019년02월13일
- (85) 번역문제출일자 2019년06월25일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2012/082856
- (87) 국제공개번호 WO 2013/094620
 국제공개일자 2013년06월27일
- (30) 우선권주장
 JP-P-2011-282465 2011년12월23일 일본(JP)
- (71) 출원인
 가부시키가이샤 **한도오따이** 에네루기 켄큐쇼
 일본국 가나가와Ken 아쓰기시 하세 398
- (72) 발명자
이노우에 히데코
 일본 243-0036 가나가와Ken 아쓰기시 하세 398 가
 부시키가이샤 **한도오따이** 에네루기 켄큐쇼 내
야마구치 도모야
 일본 243-0036 가나가와Ken 아쓰기시 하세 398 가
 부시키가이샤 **한도오따이** 에네루기 켄큐쇼 내
 (뒷면에 계속)
- (74) 대리인
양영준, 박충범

전체 청구항 수 : 총 5 항

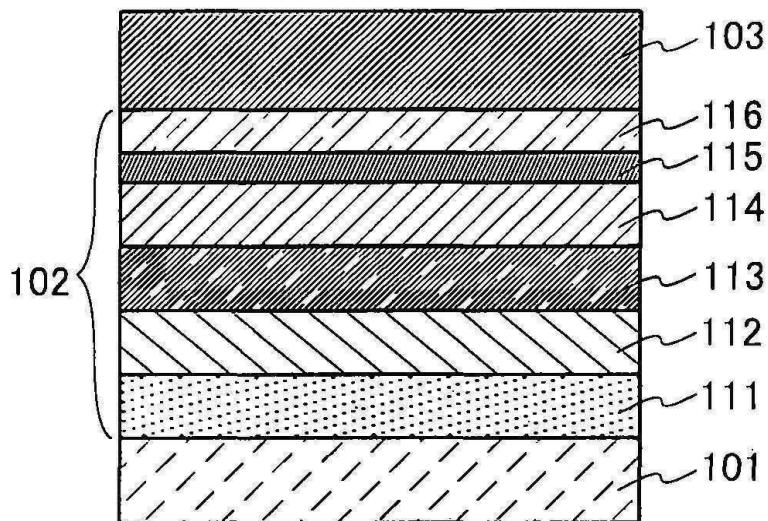
(54) 발명의 명칭 유기금속 착물, 발광 소자, 발광 장치, 전자 장치, 및 조명 장치

(57) 요 약

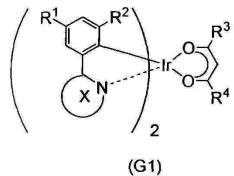
신규한 골격을 갖는 신규한 물질로서, 방출 스펙트럼의 반폭의 감소에 의해 개선된 색 순도를 달성하는 높은 방출 효율을 갖는 유기금속 착물이 제공된다. 본 발명의 한 실시형태는 β -디케톤 및 배위결합하는 원자인 한 개의 질소 원자를 포함하여 두 개 이상의 질소 원자를 포함하는 6-원 헤테로방향족 고리가 리간드인 유기금속 착물

(뒷면에 계속)

대 표 도 - 도1



이다. 화학식 G1에서, X는 배위결합하는 원자인 한 개의 질소 원자를 포함하여 두 개 이상의 질소 원자를 포함하는 치환 또는 비치환 6-원 헤테로방향족 고리를 나타낸다. 또한, R¹ 내지 R⁴는 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 나타낸다.



(52) CPC특허분류

C09K 11/06 (2013.01)

H01L 51/50 (2013.01)

Y02E 10/542 (2013.01)

(72) 발명자

세오 히로미

일본 243-0036 가나가와켄 아쓰기시 하세 398 가부
시키가이샤 한도오따이 에네루기 켄큐쇼 내

세오 사토시

일본 243-0036 가나가와켄 아쓰기시 하세 398 가부
시키가이샤 한도오따이 에네루기 켄큐쇼 내

스즈키 구니히코

일본 243-0036 가나가와켄 아쓰기시 하세 398 가부
시키가이샤 한도오따이 에네루기 켄큐쇼 내

가나모토 미키

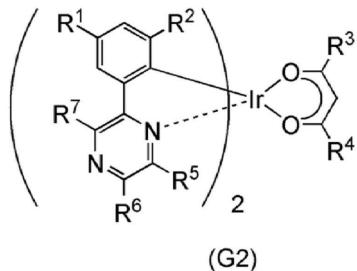
일본 243-0036 가나가와켄 아쓰기시 하세 398 가부
시키가이샤 한도오따이 에네루기 켄큐쇼 내

명세서

청구범위

청구항 1

식 (G2)로 나타내어지는 유기금속 촉물.



다만, R^1 내지 R^4 는 각각 1 내지 6개의 탄소 원자를 갖는 알킬기를 나타내고,

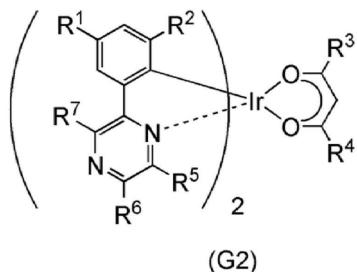
R^5 는 수소를 나타내며,

R^6 및 R^7 은 각각 1 내지 6개의 탄소 원자를 갖는 알킬기, 또는 치환 페닐기를 나타내고,

상기 치환 페닐기의 치환기는 1 내지 6개의 탄소 원자를 갖는 알킬기이다.

청구항 2

식 (G2)로 나타내어지는 유기금속 촉물.



다만, R^1 내지 R^4 는 각각 1 내지 6개의 탄소 원자를 갖는 알킬기를 나타내고,

R^5 는 수소를 나타내며,

R^6 및 R^7 은 각각 1 내지 6개의 탄소 원자를 갖는 알킬기, 또는 치환 페닐기를 나타내고,

상기 치환 페닐기의 치환기는 1 내지 6개의 탄소 원자를 갖는 알킬기를 포함한다.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 치환 페닐기의 상기 치환기는 메틸기인, 유기금속 촉물.

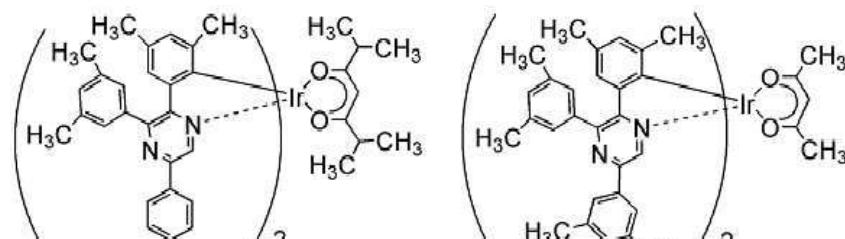
청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서,

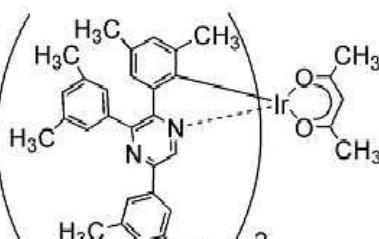
R^1 및 R^2 가 각각 메틸기인, 유기금속 촉물.

청구항 5

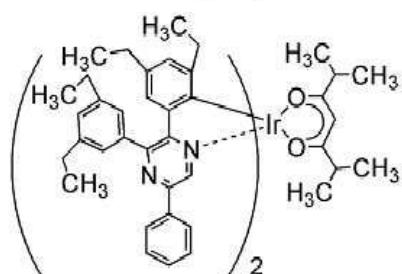
식 (100) 내지 (105), (121) 내지 (125) 중 어느 하나로 나타내어지는 유기금속 착물.



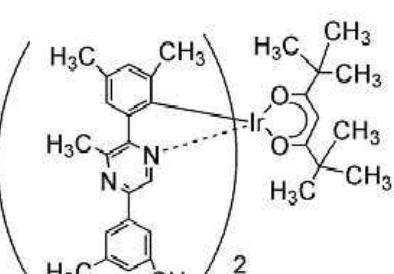
(100)



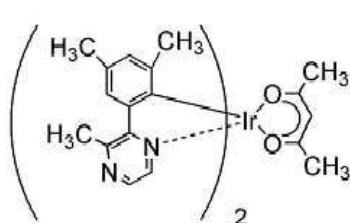
(101)



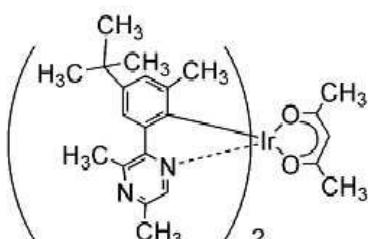
(102)



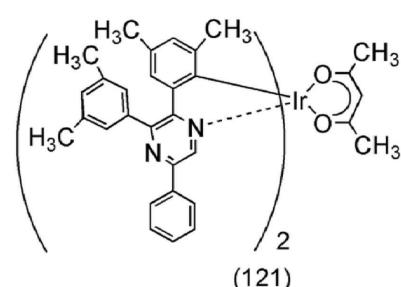
(103)



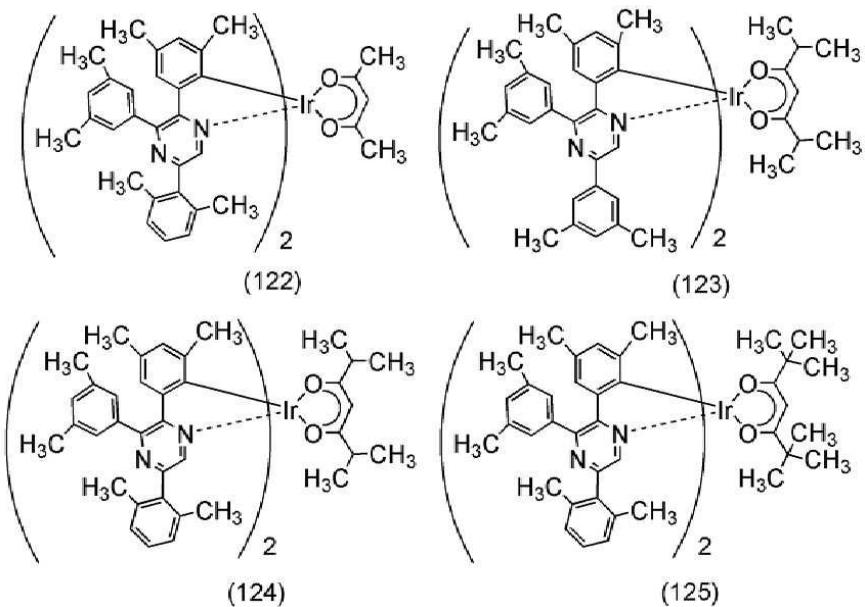
(104)



(105)



(121)



발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명의 한 실시형태는 유기금속 착물에 관한 것이다. 특히, 본 발명의 한 실시형태는 삼중항 여기 상태를 냉광으로 전환시킬 수 있는 유기금속 착물에 관한 것이다. 또한, 본 발명의 한 실시형태는 각각 유기금속 착물을 사용하는 발광 소자, 발광 장치, 전자 장치, 및 조명 장치에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 유기 화합물은 광을 흡수함으로써 여기 상태로 된다. 이러한 여기 상태를 통해, 몇몇 경우에는 다양한 반응(광화학 반응)이 초래되거나 몇몇 경우에는 냉광이 생성된다. 따라서, 유기 화합물은 다양하게 응용되고 있다.

[0003] 광화학 반응의 한 예로서, 일중항 산소와 불포화 유기 분자의 반응(산소 침가)이 공지되어 있다. 산소 분자의 기저 상태는 삼중항 상태이기 때문에, 일중항 상태의 산소(일중항 산소)는 직접 광 여기에 의해 생성되지 않는다. 그러나, 또 다른 삼중항 여기 분자의 존재 하에서는, 일중항 산소가 생성되어 산소 침가 반응을 일으킨다. 이러한 경우에, 삼중항 여기 분자를 형성할 수 있는 화합물은 광감작제라고 지칭된다.

[0004] 상기에서 기술된 바와 같이, 일중항 산소의 생성을 위해, 광 여기에 의해 삼중항 여기 분자를 형성할 수 있는 광감작제가 필요하다. 그러나, 통상적인 유기 화합물의 기저 상태는 일중항 상태이며, 따라서 삼중항 여기 상태로의 광 여기는 금지된 전이이며, 삼중항 여기 분자의 생성은 어렵다. 따라서 일중항 여기 상태로부터 삼중항 여기 상태로의 계간 교차를 용이하게 초래할 수 있는 화합물(또는 직접 삼중항 여기 상태로의 광 여기의 금지된 전이를 허용하는 화합물)이 이러한 광감작제로서 요구된다. 즉, 이러한 화합물은 광감작제로서 사용될 수 있어서 유용하다.

[0005] 상기 화합물은 종종 인광을 나타낸다. 인광은 상이한 다중도의 에너지들 사이의 전이에 의해 생성된 냉광을 지칭한다. 통상적인 유기 화합물에서, 인광은 삼중항 여기 상태로부터 일중항 기저 상태로의 복귀 시에 생성된 냉광을 지칭한다(이와 대조적으로, 형광은 일중항 여기 상태로부터 일중항 기저 상태로의 복귀 시의 냉광을 지칭함). 인광을 나타낼 수 있는 화합물, 즉 삼중항 여기 상태를 냉광으로 전환시킬 수 있는 화합물(하기에서는 인광성 화합물이라고 지칭됨)의 응용 분야는 발광 물질로서 유기 화합물을 포함하는 발광 소자를 포함한다.

[0006] 이러한 발광 소자는, 발광 물질인 유기 화합물을 포함하는 발광층이 전극들 사이에 제공된 단순한 구조를 갖는다. 이러한 발광 소자는 박형 및 경량, 고속 응답, 및 직류 저전압 구동 등의 특성의 측면에서 차세대 플랫 패널 표시 소자로서 주목을 받고 있다. 또한, 이러한 발광 소자를 포함하는 표시 장치는 콘트라스트, 화질, 및 넓은 시야각에 있어서 뛰어나다.

[0007] 발광 물질로서 유기 화합물을 포함하는 발광 소자는 캐리어 주입 유형의 발광 메카니즘을 갖는다: 발광층이 삽입된 전극들 사이에 전압이 인가되면, 전극으로부터 주입된 전자와 정공이 재결합하여 발광 물질이 여기 상태로

되고, 이어서 여기 상태로부터 기저 상태로 복귀되면서 광이 방출된다. 상기에서 기술된 광 여기의 경우에서와 같이, 여기 상태의 유형은 일중향 여기 상태 (S^*) 및 삼중향 여기 상태 (T^*)를 포함한다. 발광 소자에서 이들의 통계학적 생성비는 $S^*:T^* = 1:3$ 인 것으로 여겨지고 있다.

[0008] 실온에서, 일중향 여기 상태를 냉광으로 전환시킬 수 있는 화합물 (하기에서는 형광성 화합물이라고 지칭됨)은 삼중향 여기 상태로부터의 냉광 (인광)이 아니라 일중향 여기 상태로부터의 냉광 (형광)만을 나타낸다. 따라서, 형광성 화합물을 포함하는 발광 소자의 내부 양자 효율 (생성된 광자의 개수 대 주입된 캐리어의 개수의 비)은 $S^*:T^* = 1:3$ 를 기초로 하여 25 %의 이론적 한계를 갖는 것으로 생각된다.

[0009] 한편, 상기에서 기술된 인광성 화합물을 포함하는 발광 소자의 경우에, 그의 내부 양자 효율은 이론상 75 % 내지 100 %로 개선될 수 있고; 즉, 그의 방출 효율은 형광성 화합물을 포함하는 발광 소자의 것의 3 내지 4 배일 수 있다. 따라서, 매우 효율적인 발광 소자를 달성하기 위해서, 인광성 화합물을 포함하는 발광 소자의 개발이 근래 몇 년간 활발히 이루어지고 있다. 중심 금속으로서 이리듐 등을 함유하는 유기금속 착물이, 그의 높은 인광 양자 수율 덕분에, 인광성 화합물로서 특히 주목을 받고 있다(특허 문헌 1, 특허 문헌 2, 및 특허 문헌 3을 참조).

선행기술문헌

특허문헌

[0010] (특허문헌 0001) 일본 공개 특허 출원 제2007-137872호

(특허문헌 0002) 일본 공개 특허 출원 제2008-069221호

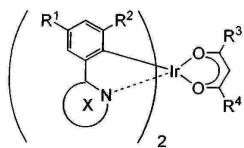
(특허문헌 0003) 국제 공개 WO 2008/035664 팜플렛

발명의 내용

[0011] 특허 문헌 1 내지 3에 보고된 바와 같이 다양한 색을 방출하는 인광성 재료가 개발되어 왔지만, 높은 색 순도를 달성하는 적색광-방출 재료는 거의 보고된 적이 없다.

[0012] 상기 내용을 볼 때, 본 발명의 한 실시형태에 따라, 신규한 골격을 갖는 신규한 물질로서, 방출 스펙트럼의 반폭(half width)의 감소에 의해 개선된 색 순도를 달성하는 높은 방출 효율을 갖는 유기금속 착물이 제공된다. 또한, 탁월한 승화 성질을 갖는 신규한 유기금속 착물이 제공된다. 높은 방출 효율을 갖는 발광 소자, 발광 장치, 전자 장치, 또는 조명 장치가 제공된다.

[0013] 본 발명의 한 실시형태는 β -디케톤 및 배위결합하는 원자인 한 개의 질소 원자를 포함하여 두 개 이상의 질소 원자를 포함하는 6-원 헤테로방향족 고리가 리간드인 유기금속 착물이다. 따라서, 본 발명의 한 실시형태는 화학식 G1에 의해 나타내어지는 구조를 갖는 유기금속 착물이다.



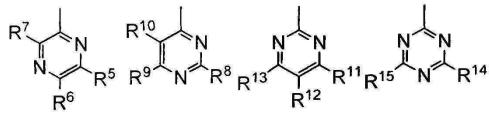
(G1)

[0015] 상기 화학식에서, X는 배위결합하는 원자인 한 개의 질소 원자를 포함하여 두 개 이상의 질소 원자를 포함하는 치환 또는 비치환 6-원 헤테로방향족 고리를 나타낸다. X에 결합된 치환기의 예는 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기, 치환 또는 비치환 폐닐 기, 및 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 갖는 폐닐 기를 포함한다. 또한, R^1 내지 R^4 는 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 나타낸다.

[0016] 화학식 G1에서, R^1 및 R^2 는 각각, 이리듐에 결합된 벤젠 고리의 탄소 원자에 의해 형성된 이면각이 를 수 있게 하는, 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 나타낸다. 이면각을 증가시킴으로써, 하기

에서 기술되는 바와 같이, 유기금속 착물의 방출 스펙트럼의 2차 피크를 이론적으로 감소시킬 수 있고, 그럼으로써 반폭을 감소시킬 수 있다. R^1 및 R^2 는 각각 메틸 기를 나타내는 것이 특히 바람직하다는 점에 유의한다.

[0017] 상기 구조에서, 배위결합하는 원자인 질소 원자를 포함하여 두 개 이상의 질소 원자를 포함하는 치환 또는 비치환 6-원 헤테로방향족 고리는 바람직하게는 화학식 X1 내지 X4 중 임의의 하나에 의해 나타내어진다.



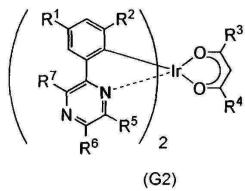
(X1) (X2) (X3) (X4)

[0018]

[0019] 상기 화학식에서, R^5 내지 R^{15} 는 각각 수소, 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기, 또는 치환 또는 비치환 페닐 기를 나타낸다는 점에 유의한다. 페닐 기에 결합된 치환기의 예는 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 포함한다.

[0020]

본 발명의 또 다른 실시형태는 화학식 G2에 의해 나타내어지는 유기금속 착물이다.



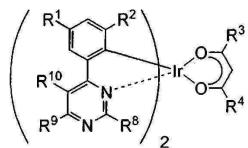
(G2)

[0021]

[0022] 상기 화학식에서, R^1 내지 R^4 는 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 나타내고, R^5 내지 R^7 은 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기, 또는 치환 또는 비치환 페닐 기를 나타낸다. R^5 및 R^6 은 수소를 나타낼 수 있다는 점에 유의한다.

[0023]

본 발명의 또 다른 실시형태는 화학식 G3에 의해 나타내어지는 유기금속 착물이다.



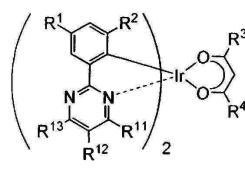
(G3)

[0024]

[0025] 상기 화학식에서, R^1 내지 R^4 는 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 나타낸다. 또한, R^8 내지 R^{10} 은 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기, 또는 치환 또는 비치환 페닐 기를 나타낸다. R^8 및 R^{10} 은 수소를 나타낼 수 있다.

[0026]

본 발명의 또 다른 실시형태는 화학식 G4에 의해 나타내어지는 유기금속 착물이다.



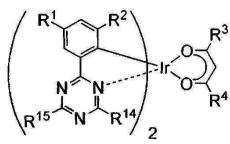
(G4)

[0027]

[0028] 상기 화학식에서, R^1 내지 R^4 는 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 나타낸다. 또한, R^{11} 내지 R^{13} 은 각각 수소, 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기, 또는 치환 또는 비치환 페닐 기를 나타낸다. R^{11} 은 수소를 나타낼 수 있고, R^{12} 와 R^{13} 중 하나는 수소를 나타내는 것이

바람직하다.

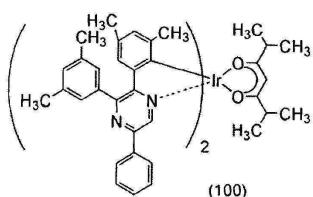
[0029] 본 발명의 또 다른 실시형태는 화학식 G5에 의해 나타내어지는 유기금속 착물이다.



(G5)

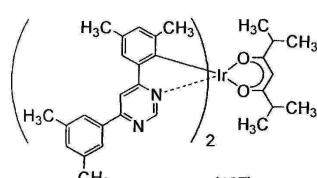
[0031] 상기 화학식에서, R^1 내지 R^4 는 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 나타낸다. 또한, R^{14} 및 R^{15} 은 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기, 또는 치환 또는 비치환 페닐 기를 나타낸다. R^{14} 및 R^{15} 는 수소를 나타낼 수 있다는 점에 유의한다.

[0032] 본 발명의 또 다른 실시형태는 구조식 (100)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물이다.



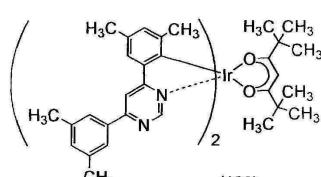
(100)

[0034] 본 발명의 또 다른 실시형태는 구조식 (107)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물이다.



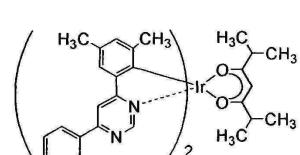
(107)

[0036] 본 발명의 또 다른 실시형태는 구조식 (108)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물이다.



(108)

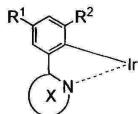
[0038] 본 발명의 또 다른 실시형태는 구조식 (109)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물이다.



(109)

[0040] 또한, 본 발명의 한 실시형태의 유기금속 착물은 하기 이유로 매우 효과적이다: 유기금속 착물은 인광을 방출할 수 있고, 즉, 이것은 삼중항 여기 상태로부터 냉광을 제공할 수 있고 방출을 나타낼 수 있으며, 따라서 유기금속 착물이 발광 소자에 적용되면 보다 높은 효율이 가능하다. 따라서, 본 발명의 한 실시형태는 본 발명의 한 실시형태의 유기금속 착물을 사용하는 발광 소자를 또한 포함한다.

[0041] 또한, 본 발명의 또 다른 실시형태는 발광 물질로서 화학식 G0에 의해 나타내어지는 구조를 갖는 유기금속 착물을 사용하는 발광 소자이다.



(G0)

[0042]

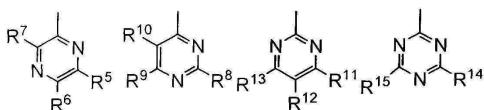
상기 화학식에서, X는 배위결합하는 원자인 한 개의 질소 원자를 포함하여 두 개 이상의 질소 원자를 포함하는 치환 또는 비치환 6-원 혼테로방향족 고리를 나타낸다. X에 결합된 치환기의 예는 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기, 치환 또는 비치환 페닐 기, 및 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 갖는 페닐 기를 포함한다. 또한, R¹ 및 R²는 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 나타낸다.

[0044]

화학식 G0에서, R¹ 및 R²는 각각, 이리듐에 결합된 벤젠 고리의 탄소 원자에 의해 형성된 이면각이 를 수 있게 하는, 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 나타낸다. 이면각을 증가시킴으로써, 하기에서 기술되는 바와 같이, 유기금속 착물의 방출 스펙트럼의 2차 피크를 이론적으로 감소시킬 수 있고, 그럼으로써 반폭을 감소시킬 수 있다. 이러한 효과는, 발광 재료가 화학식 G0에 의해 나타내어지는 구조를 갖고 상기 구조로부터 유래된 광을 방출하는 한, 그의 골격과는 상관 없이, 이론적으로 임의의 발광 재료에서 일어날 수 있다. 따라서, 화학식 G0에 의해 나타내어지는 구조를 갖고 상기 구조로부터 유래된 광을 방출하는 발광 재료(종합체 및 복합 재료를 포함함)는 본 발명의 실시형태이다. 또한, 화학식 G0에 의해 나타내어지는 구조를 갖고 상기 구조로부터 유래된 광을 방출하는 발광 재료를 발광 물질로서 사용하는 발광 소자는 본 발명의 한 실시형태이다. R¹ 및 R²가 각각 메틸 기를 나타내는 것이 특히 바람직하다는 점에 유의한다.

[0045]

상기 구조에서, 배위결합하는 원자인 질소 원자를 포함하여 두 개 이상의 질소 원자를 포함하는 치환 또는 비치환 6-원 혼테로방향족 고리는 바람직하게는 화학식 X1 내지 X4 중 임의의 하나에 의해 나타내어진다.



(X1)

(X2)

(X3)

(X4)

[0046]

상기 화학식에서, R⁵ 내지 R¹⁵는 각각 수소, 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기, 또는 치환 또는 비치환 페닐 기를 나타낸다는 점에 유의한다. 페닐 기에 결합된 치환기의 예는 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 포함한다.

[0048]

본 발명의 다른 실시형태는 발광 소자를 포함하는 발광 장치 뿐만 아니라 각각 발광 장치를 포함하는 전자 장치 및 조명 장치이다. 본 명세서에서 발광 장치는 영상 표시 장치 및 광원(예를 들어 조명 장치)을 지칭한다. 또한, 발광 장치는, 그의 카테고리 내에서, 발광 장치가 커넥터에 접속된 모든 모듈, 예컨대 연성 인쇄 회로(FPC) 또는 테이프 캐리어 패키지(TCP), 인쇄 배선 기판이 TCP의 텁부 위에 제공된 모듈, 및 접적 회로(IC)가 칩 온 글라스(chip on glass) (COG) 방법에 의해 발광 소자 바로 위에 적재된 모듈을 포함한다.

[0049]

본 발명의 한 실시형태에 따라, 신규한 골격을 갖는 신규한 물질로서, 방출 스펙트럼의 반폭의 감소에 의해 개선된 색 순도를 달성하는 높은 방출 효율을 갖는 유기금속 착물이 제공될 수 있다. 또한, 탁월한 승화 성질을 갖는 신규한 유기금속 착물이 제공될 수 있다. 상기 신규한 유기금속 착물을 사용하여, 높은 방출 효율을 갖는 발광 소자, 발광 장치, 전자 장치, 또는 조명 장치를 제공할 수 있다. 또 다르게는, 낮은 소비 전력을 갖는 발광 소자, 발광 장치, 전자 장치, 또는 조명 장치를 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0050]

도 1은 발광 소자의 구조를 도시한다.

도 2는 발광 소자의 구조를 도시한다.

도 3a 및 3b는 발광 소자의 구조를 도시한다.

도 4는 발광 장치를 도시한다.

도 5a 및 5b는 발광 장치를 도시한다.

도 6a 내지 6d는 전자 장치를 도시한다.

도 7a 내지 7c는 전자 장치를 도시한다.

도 8은 조명 장치를 도시한다.

도 9는 구조식 (100)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다.

도 10은 구조식 (100)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 자외선-가시광선 흡수 스펙트럼 및 방출 스펙트럼을 나타낸다.

도 11은 구조식 (107)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다.

도 12는 구조식 (107)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 자외선-가시광선 흡수 스펙트럼 및 방출 스펙트럼을 나타낸다.

도 13은 구조식 (108)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다.

도 14는 구조식 (108)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 자외선-가시광선 흡수 스펙트럼 및 방출 스펙트럼을 나타낸다.

도 15는 발광 소자를 도시한다.

도 16은 발광 소자 1의 전류 밀도-휘도 특성을 나타낸다.

도 17은 발광 소자 1의 전압-휘도 특성을 나타낸다.

도 18은 발광 소자 1의 휘도-전류 효율 특성을 나타낸다.

도 19는 발광 소자 1의 전압-전류 특성을 나타낸다.

도 20은 발광 소자 1의 방출 스펙트럼을 나타낸다.

도 21은 발광 소자 1의 신뢰성을 나타낸다.

도 22는 발광 소자 1의 신뢰성을 나타낸다.

도 23은 발광 소자 2의 전류 밀도-휘도 특성을 나타낸다.

도 24는 발광 소자 2의 전압-휘도 특성을 나타낸다.

도 25는 발광 소자 2의 휘도-전류 효율 특성을 나타낸다.

도 26은 발광 소자 2의 전압-전류 특성을 나타낸다.

도 27은 발광 소자 2의 방출 스펙트럼을 나타낸다.

도 28은 발광 소자 2의 신뢰성을 나타낸다.

도 29는 발광 소자 2의 신뢰성을 나타낸다.

도 30은 발광 소자 3의 전류 밀도-휘도 특성을 나타낸다.

도 31은 발광 소자 3의 전압-휘도 특성을 나타낸다.

도 32는 발광 소자 3의 휘도-전류 효율 특성을 나타낸다.

도 33은 발광 소자 3의 전압-전류 특성을 나타낸다.

도 34는 발광 소자 3의 방출 스펙트럼을 나타낸다.

도 35는 발광 소자 3의 신뢰성을 나타낸다.

도 36은 발광 소자 3의 신뢰성을 나타낸다.

도 37은 구조식 (100)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 TG/DTA 결과를 나타낸다.

도 38은 $[\text{Ir}(\text{ppr})_2(\text{acac})]$ (약칭) 및 $[\text{Ir}(\text{dmppr})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 인광 스펙트럼을 나타낸다.

도 39는 $[\text{Ir}(\text{ppr})_2(\text{acac})]$ (약칭)과 $[\text{Ir}(\text{dmppr})_2(\text{acac})]$ (약칭) 간의, 벤젠 고리의 탄소 원자에 의해 형성된 이 면각을 비교한 결과를 나타낸다.

도 40은 구조식 (121)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다.

도 41은 구조식 (121)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 자외선-가시광선 흡수 스펙트럼 및 방출 스펙트럼을 나타낸다.

도 42는 구조식 (121)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 TG/DTA 결과를 나타낸다.

도 43은 구조식 (122)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다.

도 44는 구조식 (122)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 자외선-가시광선 흡수 스펙트럼 및 방출 스펙트럼을 나타낸다.

도 45는 구조식 (122)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 TG/DTA 결과를 나타낸다.

도 46은 구조식 (122)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 LC/MS 측정 결과를 나타낸다.

도 47은 구조식 (123)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다.

도 48은 구조식 (123)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 자외선-가시광선 흡수 스펙트럼 및 방출 스펙트럼을 나타낸다.

도 49는 구조식 (123)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 LC/MS 측정 결과를 나타낸다.

도 50은 구조식 (124)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다.

도 51은 구조식 (124)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 자외선-가시광선 흡수 스펙트럼 및 방출 스펙트럼을 나타낸다.

도 52는 구조식 (124)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 TG/DTA 결과를 나타낸다.

도 53은 구조식 (124)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 LC/MS 측정 결과를 나타낸다.

도 54는 구조식 (125)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다.

도 55는 구조식 (125)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 자외선-가시광선 흡수 스펙트럼 및 방출 스펙트럼을 나타낸다.

도 56은 구조식 (125)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 TG/DTA 결과를 나타낸다.

도 57은 발광 소자 4 내지 7의 전류 밀도-휘도 특성을 나타낸다.

도 58은 발광 소자 4 내지 7의 전압-휘도 특성을 나타낸다.

도 59는 발광 소자 4 내지 7의 휘도-전류 효율 특성을 나타낸다.

도 60은 발광 소자 4 내지 7의 전압-전류 특성을 나타낸다.

도 61은 발광 소자 4 내지 7의 방출 스펙트럼을 나타낸다.

도 62는 발광 소자 4 내지 7의 신뢰성을 나타낸다.

도 63은 발광 소자 4 내지 7의 신뢰성을 나타낸다.

도 64는 구조식 (126)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다.

도 65는 구조식 (127)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다.

도 66은 구조식 (106)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0051]

<본 발명을 수행하기 위한 가장 좋은 양태>

[0052]

하기에서, 본 발명의 실시형태는 첨부된 도면을 참조하여 상세하게 기술될 것이다. 본 발명은 하기 설명으로만 제한되는 것은 아니며, 그의 양태 및 세부사항은 본 발명의 개념 및 범주에서 벗어나지 않게 다양한 방식으로 개조될 수 있다는 점에 유의한다. 따라서, 본 발명은 하기 실시형태의 설명으로만 제한되는 것으로 해석되어서는 안 된다.

[0053]

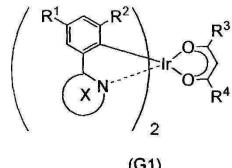
(실시형태 1)

[0054]

본 실시형태에서는, 본 발명의 실시형태인 유기금속 착물이 기술될 것이다.

[0055]

본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물은 β -디케톤 및 배위결합하는 원자인 한 개의 질소 원자를 포함하여 두 개 이상의 질소 원자를 포함하는 6-원 헤테로방향족 고리가 리간드인 유기금속 착물이다. 본 실시형태에서 기술되는, β -디케톤 및 배위결합하는 원자인 한 개의 질소 원자를 포함하여 두 개 이상의 질소 원자를 포함하는 6-원 헤테로방향족 고리가 리간드인 유기금속 착물의 한 가지 양태는 화학식 G1에 의해 나타내어지는 구조를 갖는 유기금속 착물이라는 점에 유의한다.



[0056]

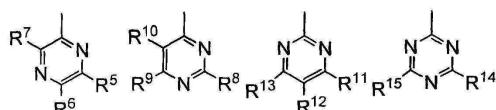
화학식 G1에서, X는 배위결합하는 원자인 한 개의 질소 원자를 포함하여 두 개 이상의 질소 원자를 포함하는 치환 또는 비치환 6-원 헤테로방향족 고리를 나타낸다. 또한, R^1 내지 R^4 는 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 나타낸다.

[0058]

R^1 내지 R^4 에서 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기의 구체적인 예는 메틸 기, 에틸 기, 프로필 기, 이소프로필 기, 부틸 기, sec-부틸 기, tert-부틸 기, 펜틸 기, 이소펜틸 기, sec-펜틸 기, tert-펜틸 기, 네오펜틸 기, 헥실 기, 이소헥실 기, sec-헥실 기, tert-헥실 기, 네오헥실 기, 3-메틸펜틸 기, 2-메틸펜틸 기, 2-에틸부틸 기, 1,2-디메틸부틸 기, 및 2,3-디메틸부틸 기를 포함한다는 점에 유의한다.

[0059]

배위결합하는 원자인 질소 원자를 포함하여 두 개 이상의 질소 원자를 포함하는 치환 또는 비치환 6-원 헤테로방향족 고리 X는 구체적으로는 화학식 X1 내지 X4 중 임의의 하나에 의해 나타내어지는 것이 바람직하다.



[0060]

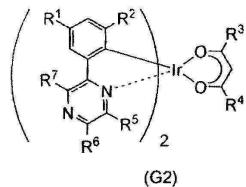
(X1) (X2) (X3) (X4)

[0061]

본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물에서, 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 두 개의 치환 또는 비치환 알킬 기는, 금속 이리듐과, 배위결합하는 원자인 한 개의 질소 원자를 포함하여 두 개 이상의 질소 원자를 포함하는 치환 또는 비치환 6-원 헤테로방향족 고리 둘 다에 결합된 페닐 기의 2번 위치 및 4번 위치에 결합함으로써, 수득된 방출 스펙트럼의 반폭의 감소를 초래하여, 유기금속 착물이 개선된 색 순도를 달성하는 이점을 갖게 된다는 점에 유의한다. 더욱이, 리간드는, 바람직하게도, 유기 용매에서의 유기금속 착물의 용해도를 증가시키고 정제를 향상시키는, β -디케톤 구조를 갖는다. β -디케톤 구조는 바람직하게는 높은 방출 효율을 갖는 유기금속 착물의 구현을 위해 포함된다. β -디케톤 구조가 포함되면 보다 높은 승화 성질 및 탁월한 증발성 등의 이점이 있다.

[0062]

본 발명의 한 실시형태는 화학식 G2에 의해 나타내어지는 유기금속 착물이다.

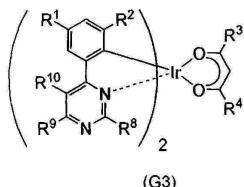


[0063]

화학식 G2에서, R^1 내지 R^4 는 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 나타내고, R^5 내지 R^7 은 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기, 또는 치환 또는 비치환 폐닐 기를 나타낸다. R^5 및 R^6 은 수소를 나타낼 수 있다는 점에 유의한다. R^1 내지 R^7 의 구체적인 예는 화학식 G1에서의 R^1 내지 R^4 의 구체적인 예를 포함한다. 또한, R^5 내지 R^7 내의 치환 또는 비치환 폐닐 기는 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 가질 수 있다.

[0065]

본 발명의 한 실시형태는 화학식 G3에 의해 나타내어지는 유기금속 착물이다.

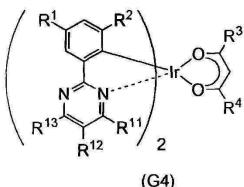


[0066]

화학식 G3에서, R^1 내지 R^4 는 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 나타낸다. 또한, R^8 내지 R^{10} 은 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기, 또는 치환 또는 비치환 폐닐 기를 나타낸다. R^8 및 R^{10} 은 수소를 나타낼 수 있다는 점에 유의한다. R^1 내지 R^4 및 R^8 내지 R^{10} 의 구체적인 예는 화학식 G1에서의 R^1 내지 R^4 의 구체적인 예를 포함한다. 또한, R^8 내지 R^{10} 내의 치환 또는 비치환 폐닐 기는 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 가질 수 있다.

[0068]

본 발명의 한 실시형태는 화학식 G4에 의해 나타내어지는 유기금속 착물이다.

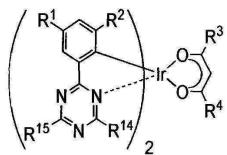


[0069]

화학식 G4에서, R^1 내지 R^4 는 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 나타낸다. 또한, R^{11} 내지 R^{13} 은 각각 수소, 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기, 또는 치환 또는 비치환 폐닐 기를 나타낸다. R^{11} 은 수소를 나타낼 수 있다는 점에 유의하며, R^{12} 와 R^{13} 중 하나는 수소를 나타내는 것이 바람직하다. R^1 내지 R^4 및 R^{11} 내지 R^{13} 의 구체적인 예는 화학식 G1에서의 R^1 내지 R^4 의 구체적인 예를 포함한다. 또한, R^{11} 내지 R^{13} 내의 치환 또는 비치환 폐닐 기는 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 가질 수 있다.

[0071]

본 발명의 한 실시형태는 화학식 G5에 의해 나타내어지는 유기금속 착물이다.



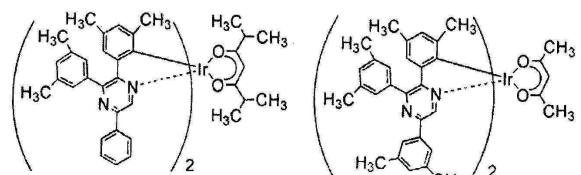
(G5)

[0072]

화학식 G5에서, R^1 내지 R^4 는 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 나타낸다. 또한, R^{14} 및 R^{15} 는 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기, 또는 치환 또는 비치환 페닐 기를 나타낸다. R^{14} 및 R^{15} 는 수소를 나타낼 수 있다는 점에 유의한다. R^1 내지 R^4 , R^{14} , 및 R^{15} 의 구체적인 예는 화학식 G1에서의 R^1 내지 R^4 의 구체적인 예를 포함한다. 또한, R^{14} 및 R^{15} 내의 치환 또는 비치환 페닐 기는 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 가질 수 있다.

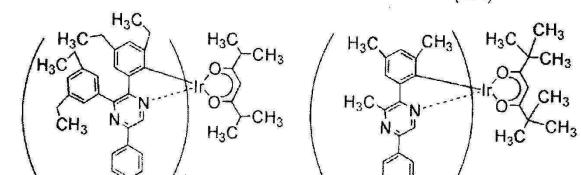
[0074]

이어서, 각각 본 발명의 한 실시형태인 상기 유기금속 착물의 구체적인 구조식이 나타내어질 것이다 (구조식 (100) 내지 (127)). 본 발명은 이로만 제한되는 것이 아니라는 점에 유의한다.



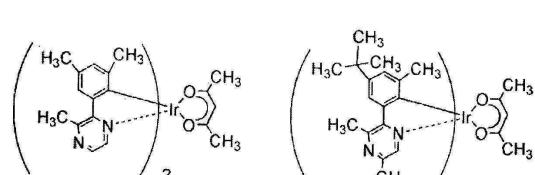
(100)

(101)



(102)

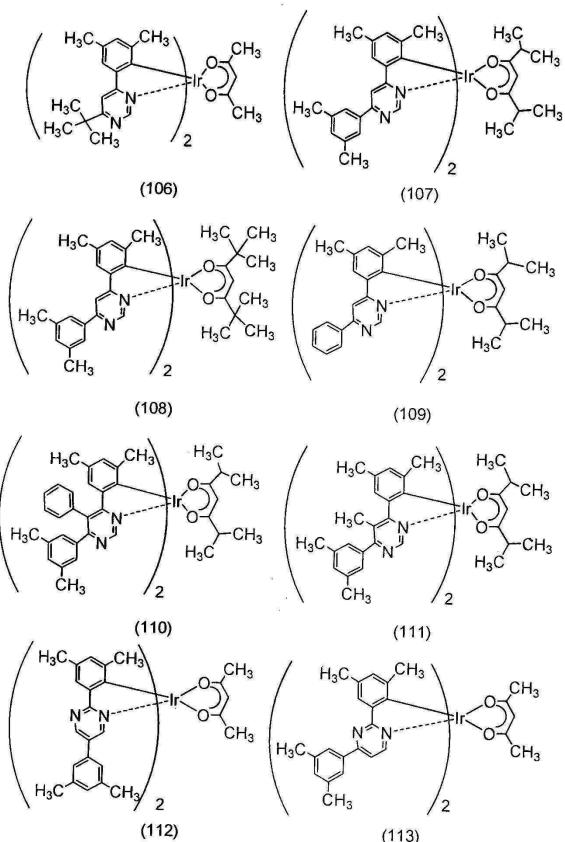
(103)



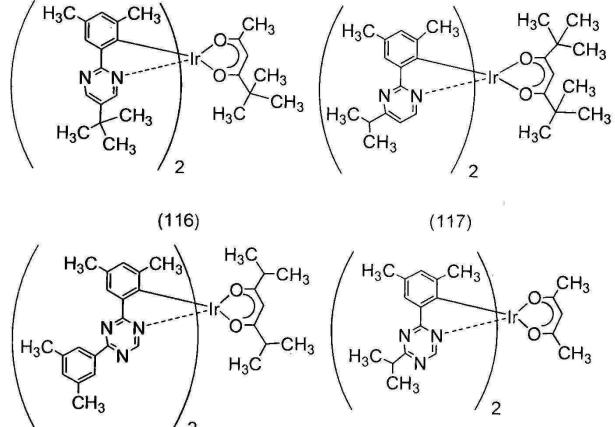
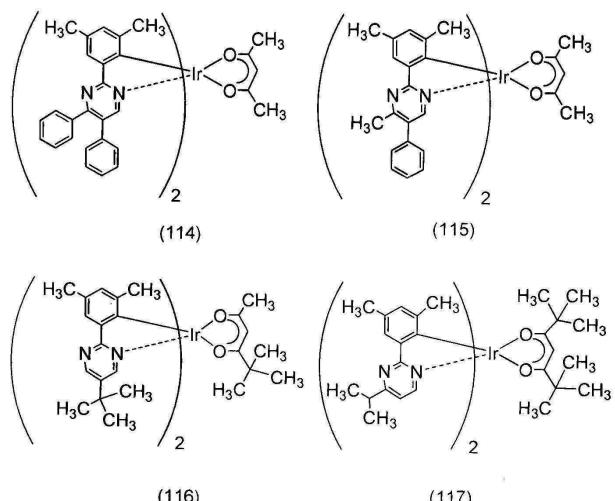
(104)

(105)

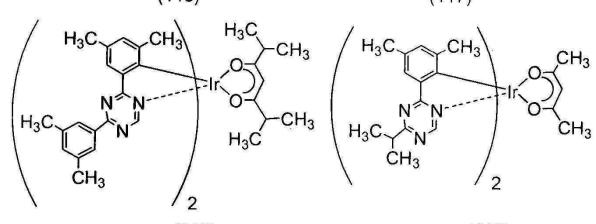
[0075]

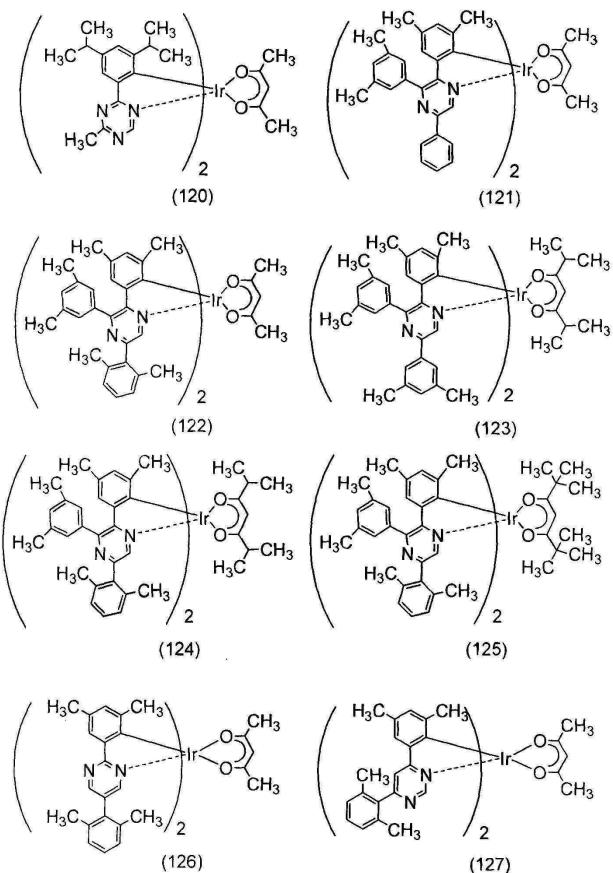


[0076]



[0077]





[0078]

[0079] 구조식 (100) 내지 (127)에 의해 나타내어지는 유기금속 착물은 인광을 방출할 수 있는 신규한 물질이라는 점에 유의한다. 리간드의 유형에 따라 이러한 물질의 기하 이성질체 및 입체 이성질체가 존재할 수 있다는 점에 유의한다. 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물은 이러한 모든 이성질체를 포함한다.

[0080]

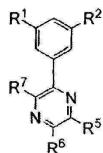
이어서, 화학식 G1에 의해 나타내어지는 구조를 갖는 유기금속 착물의 합성 방법의 한 예가 기술된다.

[0081]

<<화학식 G0-X1에 의해 나타내어지는 6-원 헤테로시클릭 유도체의 합성 방법>>

[0082]

화학식 G0-X1에 의해 나타내어지는 6-원 헤테로시클릭 유도체의 합성 방법의 한 예가 기술된다.



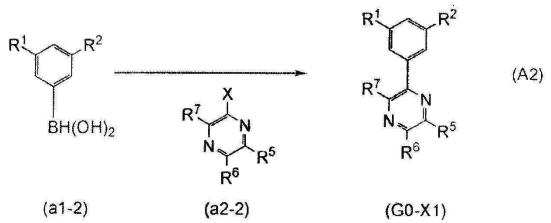
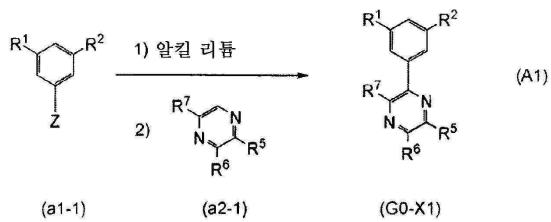
[0084] * (G0-X1)

[0085]

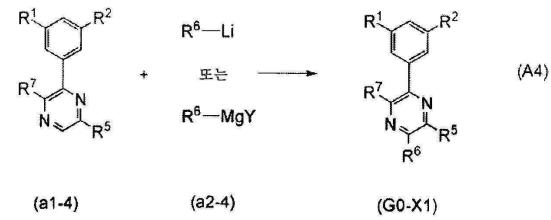
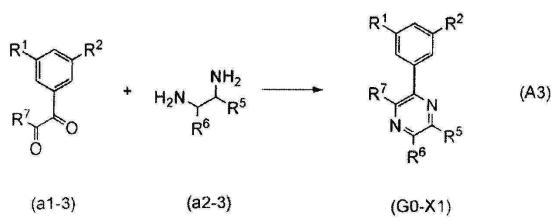
화학식 G0-X1에서, R¹, R², 및 R⁵ 내지 R⁷은 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 나타낸다. R⁵ 및 R⁶은 수소를 나타낼 수 있다.

[0086]

6-원 헤테로사이클인 화학식 G0-X1에 의해 나타내어지는 피라진 유도체의 네 가지 합성 방법 (A1), (A2), (A3), 및 (A4)가 하기에 나타나 있다.



[0087]



[0088]

[0089] 합성 방법 (A1)에서는, 3,5-이치환 페닐의 할로겐화물 (a1-1)을 알킬 리튬 등으로써 리튬화하고 피라진 (a2-1)과 반응시켜 유도체 (G0-X1)을 수득한다.

[0090]

[0090] 합성 방법 (A2)에서는, 3,5-이치환 페닐의 봉소산 (a1-2)과 피라진의 할로겐화물 (a2-2)를 커플링시켜 유도체 (G0-X1)을 수득한다.

[0091]

[0091] 합성 방법 (A3)에서는, 3,5-이치환 페닐의 디케톤 (a1-3)을 디아민 (a2-3)과 반응시켜 유도체 (G0-X1)을 수득한다.

[0092]

[0092] 합성 방법 (A4)에서는, 3,5-이치환 페닐의 피라진 (a1-4)과 리튬 화합물 또는 그리냑(Grignard) 시약 (a2-4)을 반응시켜 유도체 (G0-X1)을 수득한다. 상기 화학식에서, Y는 할로겐 원소를 나타낸다는 점에 유의한다.

[0093]

[0093] 상기 네 가지 방법 외에도, 다수의 공지된 유도체 (G0-X1)의 합성 방법이 존재한다. 따라서, 임의의 방법을 사용할 수 있다.

[0094]

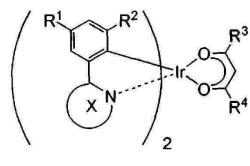
[0094] 상기 방법에서 화합물 (a1-1), (a2-1), (a1-2), (a2-2), (a1-3), (a2-3), (a1-4), 및 (a2-4)는 상업적으로 입 수가능한 또는 합성이 편리한 많은 변형태를 갖기 때문에, 매우 다양한 피라진 유도체를 화학식 G0-X1에 의해 나타내어지는 피라진 유도체로서 합성할 수 있다. 따라서, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물의 특징은 리간드가 매우 다양하다는 점이다.

[0095]

<<화학식 G1에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태의 유기금속 착물의 합성 방법>>

[0096]

[0096] 이어서, 화학식 G1에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인, 화학식 G0에 의해 나타내어지는 6-원 헤테로 시클릭 유도체를 사용하여 형성되는 유기금속 착물의 합성 방법이 기술될 것이다.



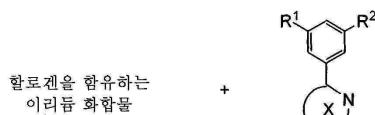
(G1)

[0097]

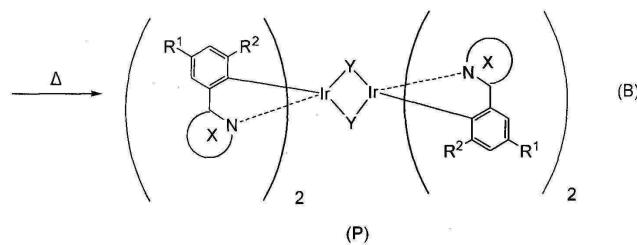
화학식 G1에서, X는 배위결합하는 원자인 한 개의 질소 원자를 포함하여 두 개 이상의 질소 원자를 포함하는 치환 또는 비치환 6-원 헤테로방향족 고리를 나타낸다는 점에 유의한다. 또한, R¹ 내지 R⁴는 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 나타낸다.

[0099]

화학식 G1에 의해 나타내어지는 유기금속 착물의 합성 방법 (B)는 하기에 나타나 있다.



(LG0)



(B)

[0100]

합성 방법 (B)에서, X는 배위결합하는 원자인 한 개의 질소 원자를 포함하여 두 개 이상의 질소 원자를 포함하는 치환 또는 비치환 6-원 헤테로방향족 고리를 나타낸다는 점에 유의한다. 또한, Y는 할로겐을 나타내고, R¹ 및 R²는 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 나타낸다.

[0102]

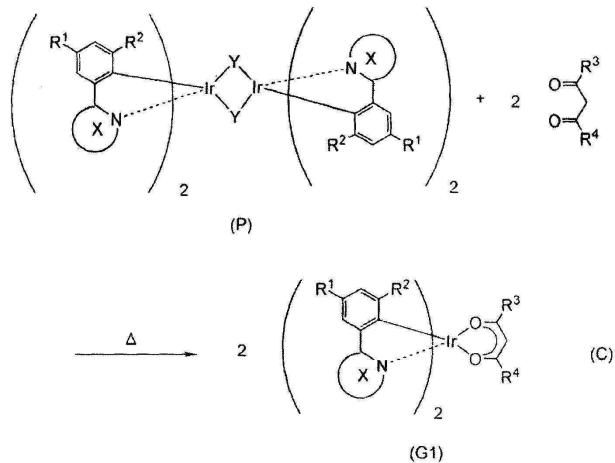
합성 방법 (B)에서 나타난 바와 같이, 화학식 LG0에 의해 나타내어지는 6-원 헤테로시클릭 유도체 및 할로겐을 함유하는 이리듐 화합물 (예를 들어, 염화이리듐, 브롬화이리듐, 또는 요오드화이리듐)을, 불활성 기체 분위기에서, 용매를 사용하지 않거나 알콜계 용매 (예를 들어, 글리세롤, 에틸렌 글리콜, 2-메톡시에탄올, 또는 2-에톡시에탄올)를 단독으로 사용하거나 물과 알콜계 용매들 중 하나 이상의 혼합 용매를 사용하여 가열함으로써, 할로겐-가교된 구조를 포함하는 유기금속 착물의 한 가지 유형인 이핵 착물 (P)를 수득할 수 있다.

[0103]

가열 수단은 특별히 제한되지 않으며, 유욕, 사욕, 또는 알루미늄 블록을 사용할 수 있다. 또 다르게는, 극초단파를 가열 수단으로서 사용할 수 있다.

[0104]

또한, 합성 방법 (C)에 나타난 바와 같이, 합성 방법 (B)에서 수득된 이핵 착물 (P)를 불활성 기체 분위기에서 β -디케톤 유도체와 반응시킴으로써, β -디케톤 유도체의 양성자를 제거하고 1가 음이온성 β -디케톤 유도체를 중심 금속인 이리듐과 배위결합시킨다. 따라서, 화학식 G1에 의해 나타내어지는, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물을 수득할 수 있다.



[0105]

[0106] 합성 방법 (C)에서, X는 배위결합하는 원자인 한 개의 질소 원자를 포함하여 두 개 이상의 질소 원자를 포함하는 치환 또는 비치환 6-원 헤테로방향족 고리를 나타낸다는 점에 유의한다. 또한, Y는 할로겐을 나타내고, R¹ 내지 R⁴는 각각 1 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 치환 또는 비치환 알킬 기를 나타낸다.

[0107]

가열 수단은 특별히 제한되지 않으며, 유육, 사육, 또는 알루미늄 블록을 사용할 수 있다. 또 다르게는, 극초 단파를 가열 수단으로서 사용할 수 있다.

[0108]

상기에서는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물의 합성 방법의 예가 기술되어 있지만, 본 발명은 이로만 제한되는 것은 아니며 임의의 다른 합성 방법을 사용할 수 있다.

[0109]

본 발명의 한 실시형태인 상기 유기금속 착물은 인광을 방출할 수 있고, 따라서 발광 소자의 발광 재료 또는 발광 물질로서 사용될 수 있다.

[0110]

본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물을 사용하여, 높은 방출 효율을 갖는 발광 소자, 발광 장치, 전자 장치, 또는 조명 장치를 수득할 수 있다. 또 다르게는, 낮은 소비 전력을 갖는 발광 소자, 발광 장치, 전자 장치, 또는 조명 장치를 수득할 수 있다.

[0111]

본 실시형태에서 기술된 구조는 다른 실시형태에서 기술된 임의의 구조와 적당하게 조합될 수 있다.

[0112] (실시형태 2)

[0113]

본 실시형태에서는, 실시형태 1에서 본 발명의 한 실시형태로서 기술된 유기금속 착물이 발광층에 사용된 발광 소자가 도 1을 참조하여 기술된다.

[0114]

도 1에 도시된 바와 같은, 본 실시형태에서 기술되는 발광 소자에서는, 발광층 (113)을 포함하는 EL 층 (102)이 한 쌍의 전극 (제1 전극 (양극) (101) 및 제2 전극 (음극) (103)) 사이에 제공되어 있고, EL 층 (102)은 발광층 (113) 외에도, 정공-주입층 (111), 정공-수송층 (112), 전자-수송층 (114), 전자-주입층 (115), 전자 생성층 (E) (116) 등을 포함한다.

[0115]

상기 발광 소자에 전압이 인가되면, 제1 전극 (101) 측으로부터 주입된 정공과 제2 전극 (103) 측으로부터 주입된 전자는 발광층 (113)에서 재결합하여 유기금속 착물을 여기 상태로 옮겨 놓는다. 이어서, 여기 상태의 유기금속 착물이 기저 상태로 복귀할 때 광이 방출된다. 따라서, 본 발명의 한 실시형태의 유기금속 착물은 발광 소자에서 발광 물질로서 기능한다.

[0116]

EL 층 (102) 내에 포함된 정공-주입층 (111)은 높은 정공-수송 성질을 갖는 물질 및 수용체 물질을 함유하는 층이다. 수용체 물질로 인해 높은 정공-수송 성질을 갖는 물질로부터 전자가 추출될 때, 정공이 생성된다. 따라서, 정공은 정공-주입층 (111)으로부터 정공-수송층 (112)을 통해 발광층 (113)에 주입된다.

[0117]

전자 생성층 (E) (116)은 높은 정공-수송 성질을 갖는 물질 및 수용체 물질을 함유하는 층이다. 수용체 물질로 인해, 높은 정공-수송 성질을 갖는 물질로부터 전자가 추출되고, 추출된 전자는 전자-주입 성질을 갖는 전자-주입층 (115)으로부터 전자-수송층 (114)을 통해 발광층 (113)에 주입된다.

[0118]

본 실시형태에서 기술되는 발광 소자를 제조하는 구체적인 한 예가 기술된다.

- [0119] 제1 전극 (양극) (101) 및 제2 전극 (음극) (103)에는, 금속, 합금, 전기 전도성 화합물, 그의 혼합물 등이 사용될 수 있다. 구체적으로는, 산화인듐-산화주석 (ITO: 인듐 주석 산화물), 실리콘 또는 산화실리콘을 함유하는 산화인듐-산화주석, 산화인듐-산화아연 (인듐 아연 산화물), 산화텅스텐 및 산화아연을 함유하는 산화인듐, 금 (Au), 백금 (Pt), 니켈 (Ni), 텅스텐 (W), 크롬 (Cr), 몰리브덴 (Mo), 철 (Fe), 코발트 (Co), 구리 (Cu), 팔라듐 (Pd), 및 티탄 (Ti)이 사용될 수 있다. 또한, 원소주기율표의 1족 또는 2족에 속하는 원소, 예를 들어, 알칼리 금속, 예컨대 리튬 (Li) 또는 세슘 (Cs), 알칼리 토류 금속, 예컨대 칼슘 (Ca) 또는 스트론튬 (Sr), 마그네슘 (Mg), 상기 원소를 함유하는 합금 (MgAg, AlLi), 희토류 금속, 예컨대 유로퓸 (Eu) 또는 이테르븀 (Yb), 상기 원소를 함유하는 합금, 그래핀(graphene) 등이 사용될 수 있다. 제1 전극 (양극) (101) 및 제2 전극 (음극) (103)은, 예를 들어, 스퍼터링 방법, 증발 방법 (진공 증발 방법을 포함함) 등에 의해 형성될 수 있다.
- [0120] 정공-주입층 (111), 정공-수송층 (112), 및 전하 생성층 (E) (116)에 사용되는 높은 정공-수송 성질을 갖는 물질로서, 예를 들어 하기가 고려될 수 있다: 방향족 아민 화합물, 예컨대 4,4'-비스[N-(1-나프틸)-N-페닐아미노]비페닐 (약칭: NPB 또는 α -NPD), N,N'-비스(3-메틸페닐)-N,N'-디페닐-[1,1'-비페닐]-4,4'-디아민 (약칭: TPD), 4,4',4"-트리스(카르바졸-9-일)트리페닐아민 (약칭: TCTA), 4,4',4"-트리스(N,N-디페닐아미노)트리페닐아민 (약칭: TDATA), 4,4',4"-트리스[N-(3-메틸페닐)-N-페닐아미노]트리페닐아민 (약칭: MTDATA), 및 4,4'-비스[N-(스피로-9,9'-비플루오렌-2-일)-N-페닐아미노]비페닐 (약칭: BSPB); 3-[N-(9-페닐카르바졸-3-일)-N-페닐아미노]-9-페닐카르바졸 (약칭: PCzPCA1); 3,6-비스[N-(9-페닐카르바졸-3-일)-N-페닐아미노]-9-페닐카르바졸 (약칭: PCzPCA2); 3-[N-(1-나프틸)-N-(9-페닐카르바졸-3-일)아미노]-9-페닐카르바졸 (약칭: PCzPCN1) 등. 또한, 하기 카르바졸 유도체 등이 사용될 수 있다: 4,4'-디(N-카르바졸릴)비페닐 (약칭: CBP), 1,3,5-트리스[4-(N-카르바졸릴)페닐]벤젠 (약칭: TCPB), 및 9-[4-(10-페닐-9-안트라세닐)페닐]-9H-카르바졸 (약칭: CzPA). 여기서 언급된 물질은 주로 10^{-6} cm²/Vs 이상의 정공 이동도를 갖는 것이다. 상기 물질 외의 임의의 물질이, 전자-수송 성질보다 더 높은 정공-수송 성질을 갖는 한, 사용될 수 있다는 점에 유의한다.
- [0121] 또한, 고분자 화합물, 예컨대 폴리(N-비닐카르바졸) (약칭: PVK), 폴리(4-비닐트리페닐아민) (약칭: PVTPA), 폴리[N-(4-{N'-[4-(4-디페닐아미노)페닐]페닐}-N'-페닐아미노)페닐]메타크릴아미드] (약칭: PTPDMA), 또는 폴리[N,N'-비스(4-부틸페닐)-N,N'-비스(페닐)벤지딘] (약칭: 폴리-TPD)가 사용될 수 있다.
- [0122] 정공-주입 층 (111) 및 전하 생성층 (E) (116)에 사용되는 수용체 물질의 예로서, 전이금속 산화물 또는 원소주기율표의 임의의 4족 내지 8족에 속하는 금속의 산화물이 고려될 수 있다. 구체적으로는, 산화몰리브덴이 특히 바람직하다.
- [0123] 발광층 (113)은 발광 물질로서 작용하는 게스트 재료로서 실시형태 1에서 기술된 유기금속 착물 및 호스트 재료로서 이러한 유기금속 착물보다 더 높은 삼중향 여기 에너지를 갖는 물질을 함유한다.
- [0124] 임의의 상기 유기금속 착물을 분산시키는데에 사용되는 물질 (즉, 호스트 재료)의 바람직한 예는, 아릴아민 골격을 갖는 임의의 화합물, 예컨대 2,3-비스(4-디페닐아미노페닐)퀴녹살린 (약칭: TPAQn) 및 NPB, 카르바졸 유도체, 예컨대 CBP 및 4,4',4"-트리스(카르바졸-9-일)트리페닐아민 (약칭: TCTA), 및 금속 착물, 예컨대 비스[2-(2-히드록시페닐)페리디나토]아연 (약칭: Znpp₂), 비스[2-(2-히드록시페닐)벤족사졸라토]아연 (약칭: Zn(BOX)₂), 비스(2-메틸-8-퀴놀리놀라토)(4-페닐페놀라토)알루미늄 (약칭: BA1q), 및 트리스(8-퀴놀리놀라토)알루미늄 (약칭: Alq₃)을 포함한다. 또 다르게는, PVK 등의 고분자 화합물이 사용될 수 있다.
- [0125] 발광층 (113)이 상기 유기금속 착물 (게스트 재료) 및 호스트 재료를 함유하는 경우에, 발광층 (113)으로부터 인광을 높은 방출 효율로 수득할 수 있다는 점에 유의한다.
- [0126] 전자-수송층 (114)은 높은 전자-수송 성질을 갖는 물질을 함유하는 층이다. 전자-수송층 (114)에는, 금속 착물, 예컨대 Alq₃, 트리스(4-메틸-8-퀴놀리놀라토)알루미늄 (약칭: Almq₃), 비스(10-히드록시벤조[h]퀴놀리나토)베릴륨 (약칭: BeBq₂), BA1q, Zn(BOX)₂, 또는 비스[2-(2-히드록시페닐)벤조티아졸라토]아연 (약칭: Zn(BTZ)₂)가 사용될 수 있다. 또 다르게는, 헤테로방향족 화합물, 예컨대 2-(4-비페닐릴)-5-(4-tert-부틸페닐)-1,3,4-옥사디아졸 (약칭: PBD), 1,3-비스[5-(p-tert-부틸페닐)-1,3,4-옥사디아졸-2-일]벤젠 (약칭: OXD-7), 3-(4-tert-부틸페닐)-4-페닐-5-(4-비페닐릴)-1,2,4-트리아졸 (약칭: TAZ), 3-(4-tert-부틸페닐)-4-(4-에틸페닐)-5-(4-비페닐릴)-1,2,4-트리아졸 (약칭: p-EtTAZ), 바토페난트롤린 (약칭: BPhen), 바토쿠프로인 (약칭: BCP), 또는 4,4'-비스(5-메틸벤족사졸-2-일)스틸렌 (약칭: Bz0s)이 사용될 수 있다. 또한 또 다르게는, 고분자 화합물, 예컨대 폴리(2,5-페리딘디일) (약칭: PPy), 폴리[(9,9-디헥실플루오렌-

2,7-디일)-코-(페리딘-3,5-디일)] (약칭: PF-Py), 또는 폴리[(9,9-디옥틸플루오렌-2,7-디일)-코-(2,2'-비페리딘-6,6'-디일)] (약칭: PF-BPy)이 사용될 수 있다. 여기서 언급된 물질은 주로 10^{-6} cm³/Vs 이상의 전자 이동도를 갖는 것이다. 상기 물질 외의 임의의 물질이, 정공-수송 성질보다 더 높은 전자-수송 성질을 갖는 한, 전자-수송층 (114)에 사용될 수 있다는 점에 유의한다.

[0127] 또한, 전자-수송층 (114)은 단일층으로만 제한되지는 않고, 임의의 상기 물질을 함유하는 두 개 이상의 층들이 적층된 다중층이 사용될 수 있다.

[0128] 전자-주입층 (115)은 높은 전자-주입 성질을 갖는 물질을 함유하는 층이다. 전자-주입층 (115)에는, 알칼리 금속, 알칼리 토류 금속, 또는 그의 화합물, 예컨대 플루오르화리튬 (LiF), 플루오르화세슘 (CsF), 플루오르화칼슘 (CaF₂), 또는 산화리튬 (LiO_x)이 사용될 수 있다. 또 다른 계는, 에르븀 플루오라이드 (ErF₃) 등의 희토류 금속 화합물이 사용될 수 있다. 또한 또 다른 계는, 상기에서 기술된, 전자-수송층 (114)을 형성하기 위한 물질이 사용될 수 있다.

[0129] 또 다른 계는, 유기 화합물과 전자 공여체 (공여체)가 혼합된 복합 재료가 전자-주입층 (115)에 사용될 수 있다. 상기 복합 재료는, 전자가 전자 공여체에 의해 유기 화합물 내에서 생성되기 때문에, 전자-주입 성질 및 전자-수송 성질에 있어서 탁월하다. 이러한 경우에, 유기 화합물은 바람직하게는 생성된 전자를 수송하는데 있어서 탁월한 재료이다. 구체적으로는, 예를 들어, 상기에서 기술된, 전자-수송층 (114)을 형성하기 위한 물질 (예를 들어, 금속 착물 및 헤테로방향족 화합물)이 사용될 수 있다. 전자 공여체로서, 유기 화합물에 대해 전자-공여 성질을 나타내는 물질이 사용될 수 있다. 구체적으로는, 알칼리 금속, 알칼리 토류 금속, 및 희토류 금속이 바람직하고, 리튬, 세슘, 마그네슘, 칼슘, 에르븀, 이테르븀 등이 고려된다. 또한, 알칼리 금속 산화물 또는 알칼리 토류 금속 산화물, 예컨대 산화리튬, 산화칼슘, 산화마륨 등이 고려될 수 있다. 또 다른 계는 산화마그네슘 등의 루이스 염기가 사용될 수 있다. 또 다른 계는 테트라티아풀발렌 (약칭: TTF) 등의 유기 화합물이 사용될 수 있다.

[0130] 상기 정공-주입층 (111), 정공-수송층 (112), 발광층 (113), 전자-수송층 (114), 전자-주입층 (115), 및 전하 생성층 (E) (116)는 각각 증발 방법 (예를 들어, 진공 증발 방법), 잉크-젯 방법, 또는 코팅 방법 등의 방법에 의해 형성될 수 있다는 점에 유의한다.

[0131] 상기 발광 소자에서는, 제1 전극 (101)과 제2 전극 (103) 사이에서 생성된 전위차로 인해 전류가 흐르고 EL 층 (102)에서 정공과 전자가 재결합함으로써 광이 방출된다. 이어서, 방출된 광은 제1 전극 (101)과 제2 전극 (103) 중 하나 또는 둘 다를 통해 외부로 추출된다. 따라서 제1 전극 (101)과 제2 전극 (103) 중 하나 또는 둘 다는 광-투과 성질을 갖는 전극이다.

[0132] 상기 발광 소자는 유기금속 착물로부터 유래된 인광을 방출할 수 있고, 따라서 형광성 화합물을 사용하는 발광 소자보다 더 높은 효율을 가질 수 있다.

[0133] 본 실시형태에서 기술되는 발광 소자는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물을 사용하여 제조된 발광 소자의 한 예라는 점에 유의한다. 또한, 상기 발광 소자를 포함하는 발광 장치로서, 수동 매트릭스형 발광 장치 및 능동 매트릭스형 발광 장치가 제조될 수 있다. 또 다른 실시형태에서 기술된 바와 같은 상기 발광 소자와 상이한 발광 소자인 발광 소자를 포함하는 마이크로캐비티(microcavity) 구조를 갖는 발광 장치가 제조될 수도 있다. 각각의 상기 발광 장치는 본 발명에 포함된다.

[0134] 능동 매트릭스형 발광 장치를 제조하는 경우에 TFT의 구조는 특별히 제한되지 않는다는 점에 유의한다. 예를 들어, 스탠다드(staggered) TFT 및 역스탠다드(inverted staggered) TFT가 적당하게 사용될 수 있다. 또한, TFT 기판 위에 형성된 구동 회로는 N-형 TFT와 P-형 TFT 둘 다 또는 N-형 TFT와 P-형 TFT 중 단 하나에 의해 형성될 수 있다. 또한, TFT에 사용되는 반도체 막의 결정성은 특별히 제한되지 않는다. 예를 들어, 무정형 반도체 막, 결정질 반도체 막, 산화물 반도체 막 등이 사용될 수 있다.

[0135] 본 실시형태에서 기술된 구조는 다른 실시형태에서 기술된 임의의 구조와 적당하게 조합될 수 있다는 점에 유의한다.

[0136] (실시형태 3)

[0137] 본 실시형태에서는, 본 발명의 한 실시형태로서, 둘 이상의 유형의 유기 화합물 뿐만 아니라 유기금속 착물이 발광층에 사용된 발광 소자가 기술된다.

- [0138] 본 실시형태에서 기술되는 발광 소자는 도 2에서 도시된 바와 같은 한 쌍의 전극 (양극 (201) 및 음극 (202)) 사이에 EL 층 (203)을 포함한다. EL 층 (203)은 적어도 발광층 (204)을 포함하고, 정공-주입층, 정공-수송층, 전자-수송층, 전자-주입층, 전자 생성층 (E) 등을 포함할 수 있다는 점에 유의한다. 정공-주입층, 정공-수송층, 전자-수송층, 전자-주입층, 및 전자 생성층 (E)에, 실시형태 2에서 기술된 물질이 사용될 수 있다는 점에 유의한다.
- [0139] 본 실시형태에서 기술되는 발광층 (204)은 실시형태 1에서 기술된 유기금속 착물을 사용한 인광성 화합물 (205), 제1 유기 화합물 (206), 및 제2 유기 화합물 (207)을 함유한다. 인광성 화합물 (205)은 발광층 (204) 내의 게스트 재료라는 점에 유의한다. 더욱이, 제1 유기 화합물 (206)과 제2 유기 화합물 (207) 중에서, 발광 층 (204) 내에서 다른 것보다 함량이 더 높은 것이 발광층 (204) 내의 호스트 재료이다.
- [0140] 발광층 (204)이 게스트 재료가 호스트 재료 내에 분산된 구조를 가질 때, 발광층의 결정화가 억제될 수 있다. 또한, 게스트 재료의 높은 농도로 인해 농도 소강(concentration quenching)이 억제될 수 있고, 따라서 발광 소자는 보다 높은 방출 효율을 가질 수 있다.
- [0141] 각각의 제1 유기 화합물 (206) 및 제2 유기 화합물 (207)의 삼중향 여기 에너지 준위 (T_1 준위)가 인광성 화합물 (205)의 것보다 더 높은 것이 바람직하다는 점에 유의한다. 그 이유는, 제1 유기 화합물 (206) (또는 제2 유기 화합물 (207))의 T_1 준위가 인광성 화합물 (205)의 것보다 더 낮으면, 광 방출에 기여하는 인광성 화합물 (205)의 삼중향 여기 에너지가 제1 유기 화합물 (206) (또는 제2 유기 화합물 (207))에 의해 소강하고, 따라서 방출 효율이 감소하기 때문이다.
- [0142] 여기서, 호스트 재료로부터 게스트 재료로의 에너지 전달 효율을 개선하기 위해, 분자들 사이의 에너지 전달 메카니즘으로서 공지된, 퍼르스터(Foerster) 메카니즘 (쌍극자-쌍극자 상호작용) 및 텍스터(Dexter) 메카니즘 (전자 교환 상호작용)이 고려된다. 상기 메카니즘에 따르면, 호스트 재료의 방출 스펙트럼 (일중향 여기 상태로부터의 에너지 전달 시의 형광 스펙트럼, 및 삼중향 여기 상태로부터의 에너지 전달 시의 인광 스펙트럼)이 게스트 재료의 흡수 스펙트럼 (구체적으로는, 가장 긴 파장 (가장 낮은 에너지) 측의 흡수대에서의 스펙트럼)과 많이 중첩되는 것이 바람직하다. 그러나, 일반적으로, 호스트 재료의 형광 스펙트럼과 게스트 재료의 가장 긴 파장 (가장 낮은 에너지) 측의 흡수대에서의 흡수 스펙트럼의 중첩을 달성하는 것은 어렵다. 그 이유는 하기와 같다: 호스트 재료의 형광 스펙트럼이 게스트 재료의 가장 긴 파장 (가장 낮은 에너지) 측의 흡수대에서의 흡수 스펙트럼과 중첩되면, 호스트 재료의 인광 스펙트럼은 형광 스펙트럼보다 더 긴 파장 (더 낮은 에너지) 측에 위치하기 때문에, 호스트 재료의 T_1 준위는 인광성 화합물의 T_1 준위보다 더 낮아지고, 상기 소강 문제가 일어나며, 그러나 소강 문제를 회피하기 위해서 호스트 재료의 T_1 준위가 인광성 화합물의 T_1 준위보다 더 높도록 호스트 재료를 설계하면, 호스트 재료의 형광 스펙트럼은 보다 짧은 파장 (보다 높은 에너지) 측으로 이동하며, 따라서 형광 스펙트럼은 게스트 재료의 가장 긴 파장 (가장 낮은 에너지) 측의 흡수대에서의 흡수 스펙트럼과 전혀 중첩되지 않는다. 이러한 이유로, 일반적으로, 호스트 재료의 일중향 여기 상태로부터의 에너지 전달을 최대화하기 위해서 호스트 재료의 형광 스펙트럼과 게스트 재료의 가장 긴 파장 (가장 낮은 에너지) 측의 흡수대에서의 흡수 스펙트럼의 중첩을 달성하는 것은 어렵다.
- [0143] 따라서, 본 실시형태에서는, 제1 유기 화합물 (206)과 제2 유기 화합물 (207)의 조합은 바람직하게는 엑시플렉스(exciplex) (여기 착물이라고도 지칭됨)를 형성한다. 이 경우에, 제1 유기 화합물 (206)과 제2 유기 화합물 (207)은 발광층 (204)에서 캐리어들 (전자 및 정공)의 재결합 시에 엑시플렉스를 형성한다. 따라서, 발광층 (204)에서, 제1 유기 화합물 (206)의 형광 스펙트럼 및 제2 유기 화합물 (207)의 형광 스펙트럼은 보다 긴 파장 측에 위치한 엑시플렉스의 방출 스펙트럼으로 전환된다. 더욱이, 제1 유기 화합물 (206) 및 제2 유기 화합물 (207)이, 엑시플렉스의 방출 스펙트럼이 게스트 재료의 흡수 스펙트럼과 많이 중첩하도록 하는 것으로 선택되면, 일중향 여기 상태로부터의 에너지 전달이 최대화될 수 있다. 삼중향 여기 상태의 경우에도, 호스트 재료가 아니라 엑시플렉스로부터의 에너지 전달이 일어날 것으로 추정된다는 점에 유의한다.
- [0144] 인광성 화합물 (205)에는, 실시형태 1에서 기술된 유기금속 착물이 사용된다. 제1 유기 화합물 (206)과 제2 유기 화합물 (207)의 조합은 엑시플렉스가 형성되도록 하는 것으로 결정될 수 있지만, 전자를 수용하는 경향이 있는 화합물 (전자-포획 성질을 갖는 화합물)과 정공을 수용하는 경향이 있는 화합물 (정공-포획 성질을 갖는 화합물)의 조합이 바람직하게 사용된다.
- [0145] 전자를 수용하는 경향이 있는 화합물의 예로서, 하기가 고려될 수 있다: 2-[3-(디벤조티오펜-4-일)페닐]디벤조[f,h]퀴녹살린 (약칭: 2mDBTPDBq-II), 2-[4-(3, 6-디페닐-9H-카르바졸-9-일)페닐]디벤조[f,h]퀴녹살린 (약칭:

2CzPDBq-III), 7-[3-(디벤조티오펜-4-일)페닐]디벤조[f,h]퀴녹살린 (약칭: 7mDBTPDBq-II), 및 6-[3-(디벤조티오펜-4-일)페닐]디벤조[f,h]퀴녹살린 (약칭: 6mDBTPDBq-II).

[0146] 정공을 수용하는 경향이 있는 화합물의 예로서, 하기가 고려될 수 있다: 4-페닐-4'-(9-페닐-9H-카르바졸-3-일)트리페닐아민 (약칭: PCBA1BP), 3-[N-(1-나프틸)-N-(9-페닐카르바졸-3-일)아미노]-9-페닐카르바졸 (약칭: PCzPCN1), 4,4',4"-트리스[N-(1-나프틸)-N-페닐아미노]트리페닐아민 (약칭: 1'-TNATA), 2,7-비스[N-(4-디페닐아미노페닐)-N-페닐아미노]-스페로-9,9'-비플루오렌 (약칭: DPA2SF), N,N'-비스(9-페닐카르바졸-3-일)-N,N'-디페닐벤젠-1,3-디아민 (약칭: PCA2B), N-(9,9-디메틸-2-N',N'-디페닐아미노-9H-플루오렌-7-일)디페닐아민 (약칭: DPNF), N,N',N"-트리페닐-N,N',N"-트리스(9-페닐카르바졸-3-일)벤젠-1,3,5-트리아민 (약칭: PCA3B), 2-[N-(9-페닐카르바졸-3-일)-N-페닐아미노]스페로-9,9'-비플루오렌 (약칭: PCASF), 2-[N-(4-디페닐아미노페닐)-N-페닐아미노]스페로-9,9'-비플루오렌 (약칭: DPASF), N,N'-비스[4-(카르바졸-9-일)페닐]-N,N'-디페닐-9,9-디메틸플루오렌-2,7-디아민 (약칭: YGA2F), 4,4'-비스[N-(3-메틸페닐)-N-페닐아미노]비페닐 (약칭: TPD), 4,4'-비스[N-(4-디페닐아미노페닐)-N-페닐아미노]비페닐 (약칭: DPAB), N-(9,9-디메틸-9H-플루오렌-2-일)-N-{9,9-디메틸-2-[N'-페닐-N'-(9,9-디메틸-9H-플루오렌-2-일)아미노]-9H-플루오렌-7-일}페닐아민 (약칭: DFLADFL), 3-[N-(9-페닐카르바졸-3-일)-N-페닐아미노]-9-페닐카르바졸 (약칭: PCzPCA1), 3-[N-(4-디페닐아미노페닐)-N-페닐아미노]-9-페닐카르바졸 (약칭: PCzDPA1), 3,6-비스[N-(4-디페닐아미노페닐)-N-페닐아미노]-9-페닐카르바졸 (약칭: PCzTPN2), 및 3,6-비스[N-(9-페닐카바졸-3-일)-N-페닐아미노]-9-페닐카르바졸 (약칭: PCzPCA2).

[0147] 상기 제1 유기 화합물 (206) 및 제2 유기 화합물 (207)에 대해서, 본 발명은 상기 예로만 제한되는 것은 아니다. 상기 조합은, 엑시플렉스가 형성될 수 있고 엑시플렉스의 방출 스펙트럼이 인광성 화합물 (205)의 흡수 스펙트럼과 중첩되고 엑시플렉스의 방출 스펙트럼의 피크가 인광성 화합물 (205)의 흡수 스펙트럼의 피크보다 더 긴 파장을 갖도록 하는 것으로 결정된다.

[0148] 제1 유기 화합물 (206) 및 제2 유기 화합물 (207)에, 전자를 수용하는 경향이 있는 화합물과 정공을 수용하는 경향이 있는 화합물을 사용하는 경우에, 상기 화합물들의 혼합비를 사용하여 캐리어 밸런스를 제어할 수 있다는 점에 유의한다. 구체적으로는, 제1 유기 화합물 대 제2 유기 화합물의 비는 바람직하게는 1:9 내지 9:1이다.

[0149] 본 실시형태에서 기술되는 발광 소자에서는, 엑시플렉스의 방출 스펙트럼과 인광성 화합물의 흡수 스펙트럼의 중첩을 이용한 에너지 전달 덕분에, 에너지 전달 효율이 개선될 수 있고, 따라서 발광 소자의 높은 외부 양자효율이 달성될 수 있다.

[0150] 본 발명의 또 다른 구조에서는, 인광성 화합물 (205) (게스트 재료) 외의 두 가지 종류의 유기 화합물 (제1 유기 화합물 (206) 및 제2 유기 화합물 (207))로서 정공-포획 성질을 갖는 호스트 분자 및 전자-포획 성질을 갖는 호스트 분자를 사용하여, 두 가지 종류의 호스트 분자 내에 존재하는 게스트 분자에 정공 및 전자가 도입되어 게스트 분자가 여기 상태로 되는 현상 (상보적 호스트와 커플링된 게스트(guest coupled with complementary hosts): GCCH)이 일어나도록, 발광층 (204)을 형성할 수 있다는 점에 유의한다.

[0151] 이 때, 정공-포획 성질을 갖는 호스트 분자 및 전자-포획 성질을 갖는 호스트 분자는 각각 정공을 수용하는 경향이 있는 상기 화합물 및 전자를 수용하는 경향이 있는 상기 화합물로부터 선택될 수 있다.

[0152] 본 실시형태에서 기술되는 발광 소자는 발광 소자의 구조의 한 예이며, 또 다른 실시형태에서 기술된 또 다른 구조를 갖는 발광 소자를, 본 발명의 한 실시형태인 발광 장치에 적용할 수 있다는 점에 유의한다. 또한, 상기 발광 소자를 포함하는 발광 장치로서, 수동 매트릭스형 발광 장치 및 능동 매트릭스형 발광 장치를 제조할 수 있다. 또 다른 실시형태에서 기술된 바와 같은 상기 발광 소자와 상이한 발광 소자인 발광 소자를 포함하는 마이크로캐비티 구조를 갖는 발광 장치를 제조할 수도 있다. 각각의 상기 발광 장치는 본 발명에 포함된다.

[0153] 능동 매트릭스형 발광 장치를 제조하는 경우에 TFT의 구조는 특별히 제한되지 않는다는 점에 유의한다. 예를 들어 스태거형 TFT 및 역스태거형 TFT가 적당하게 사용될 수 있다. 또한, TFT 기판 위에 형성된 구동 회로는 N-형 TFT와 P-형 TFT 둘 다 또는 N-형 TFT와 P-형 TFT 중 단 하나에 의해 형성될 수 있다. 또한, TFT에 사용되는 반도체 막의 결정성은 특별히 제한되지 않는다. 예를 들어, 무정형 반도체 막, 결정질 반도체 막, 산화물 반도체 막 등이 사용될 수 있다.

[0154] 본 실시형태에서 기술된 구조는 다른 실시형태에서 기술된 임의의 구조와 적당하게 조합될 수 있다는 점에 유의한다.

[0155] (실시형태 4)

[0156] 본 실시형태에서는, 본 발명의 한 실시형태로서, 전하 생성층이 다수의 EL 층들 사이에 제공된 발광 소자 (하기에서는 텐덤형 발광 소자라고 지칭됨)가 기술된다.

[0157] 본 실시형태에서 기술되는 발광 소자는 도 3a에 도시된 바와 같이 한 쌍의 전극 (제1 전극 (301) 및 제2 전극 (304)) 사이에 다수의 EL 층들 (제1 EL 층 (302(1)) 및 제2 EL 층 (302(2)))을 포함하는 텐덤형 발광 소자이다.

[0158] 본 실시형태에서, 제1 전극 (301)은 양극으로서 기능하고, 제2 전극 (304)은 음극으로서 기능한다. 제1 전극 (301) 및 제2 전극 (304)은 실시형태 2에서 기술된 구조와 유사한 구조를 가질 수 있다는 점에 유의한다. 또한, 다수의 EL 층들 (제1 EL 층 (302(1)) 및 제2 EL 층 (302(2)))은 실시형태 2 또는 3에서 기술된 EL 층의 구조와 유사한 구조를 가질 수 있지만, 임의의 EL 층은 실시형태 2 또는 3에서 기술된 EL 층의 구조와 유사한 구조를 가질 수 있다. 즉, 제1 EL 층 (302(1))의 구조와 제2 EL 층 (302(2))의 구조는 서로 동일하거나 상이할 수 있고, 실시형태 2 또는 3에서 기술된 EL 층의 구조와 유사할 수 있다.

[0159] 또한, 전하 생성층 (I) (305)이 다수의 EL 층들 (제1 EL 층 (302(1)) 및 제2 EL 층 (302(2))) 사이에 제공된다. 전하 생성층 (I) (305)은 제1 전극 (301)과 제2 전극 (304) 사이에 전압이 인가될 때 EL 층들 중 하나에 전자를 주입하고 다른 EL 층에 정공을 주입하는 기능을 한다. 본 실시형태에서, 제1 전극 (301)의 전위가 제2 전극 (304)의 전위보다 더 높아지도록 전압이 인가될 때, 전하 생성층 (I) (305)은 전자를 제1 EL 층 (302(1))에 주입하고 정공을 제2 EL 층 (302(2))에 주입한다.

[0160] 광 추출 효율의 측면에서, 전하 생성층 (I) (305)은 바람직하게는 가시광에 대해 광-투과 성질을 갖는다는 점에 유의한다 (구체적으로는, 전하 생성층 (I) (305)은 40 % 이상의 가시광 투과율을 가짐). 또한, 전하 생성층 (I) (305)은 제1 전극 (301) 또는 제2 전극 (304)보다 더 낮은 전도도를 갖는 경우에도 기능한다.

[0161] 전하 생성층 (I) (305)은 높은 정공-수송 성질을 갖는 유기 화합물에 전자 수용체 (수용체)가 첨가된 구조 또는 높은 전자-수송 성질을 갖는 유기 화합물에 전자 공여체 (공여체)가 첨가된 구조를 가질 수 있다. 또 다르게는, 이러한 구조들은 둘 다 적층된 것일 수 있다.

[0162] 높은 정공-수송 성질을 갖는 유기 화합물에 전자 수용체가 첨가된 구조의 경우에, 높은 정공-수송 성질을 갖는 유기 화합물로서, 예를 들어, 방향족 아민 화합물, 예컨대 NPB, TPD, TDATA, MTDATA, 또는 4,4'-비스[N-(스페로-9,9'-비플루오렌-2-일)-N-페닐아미노]비페닐 (약칭: BSPB) 등이 사용될 수 있다. 여기서 언급된 물질은 주로 10^{-6} cm³/Vs 이상의 정공 이동도를 갖는 것이다. 상기 물질 외의 임의의 물질이, 이들이 전자-수송 성질보다 더 높은 정공-수송 성질을 갖는 유기 화합물인 한, 사용될 수 있다는 점에 유의한다.

[0163] 또한, 전자 수용체로서, 7,7,8,8-테트라시아노-2,3,5,6-테트라플루오로퀴노디메탄 (약칭: F₄-TCNQ), 클로라닐 등이 사용될 수 있다. 또 다르게는, 전이금속 산화물이 사용될 수 있다. 또한 또 다르게는, 원소주기율표의 4족 내지 8족에 속하는 금속의 산화물이 사용될 수 있다. 구체적으로는, 전자-수용 성질이 높다는 이유로, 산화바나듐, 산화니오븀, 산화탄탈륨, 산화크롬, 산화몰리브덴, 산화텅스텐, 산화망간 또는 산화레늄을 사용하는 것이 바람직하다. 이들 중에서, 산화몰리브덴은 공기 중에서 안정하고 낮은 흡습성을 갖고 취급이 용이하므로 특히 바람직하다.

[0164] 한편, 높은 전자-수송 성질을 갖는 유기 화합물에 전자 공여체가 첨가된 구조의 경우에, 높은 전자-수송 성질을 갖는 유기 화합물로서, 예를 들어, 퀴놀린 골격 또는 벤조퀴놀린 골격을 갖는 금속 착물, 예컨대 Alq, Almq₃, BeBq₂, 또는 BAlq 등을 사용할 수 있다. 또 다르게는, 옥사졸계 리간드 또는 티아졸계 리간드를 갖는 금속 착물, 예컨대 Zn(BOX)₂ 또는 Zn(BTZ)₂를 사용할 수 있다. 또한 또 다르게는, 금속 착물 대신에, PBD, OXD-7, TAZ, BPhen, BCP 등을 사용할 수 있다. 여기서 언급된 물질은 주로 10^{-6} cm³/Vs 이상의 전자 이동도를 갖는 것이다. 상기 물질 외의 임의의 물질이, 이들이 정공-수송 성질보다 더 높은 전자-수송 성질을 갖는 유기 화합물인 한, 사용될 수 있다는 점에 유의한다.

[0165] 전자 공여체로서, 알칼리 금속, 알칼리 토류 금속, 희토류 금속, 원소주기율표의 2족 또는 13족에 속하는 금속, 또는 그의 산화물 또는 탄산염을 사용할 수 있다. 구체적으로는, 리튬 (Li), 세슘 (Cs), 마그네슘 (Mg), 칼슘 (Ca), 이테르븀 (Yb), 인듐 (In), 산화리튬, 탄산세슘 등을 사용하는 것이 바람직하다. 또 다르게는, 테트라티

아나프타센 등의 유기 화합물을 전자 공여체로서 사용할 수 있다.

[0166] 임의의 상기 재료를 사용하여 전하 생성층 (I) (305)을 형성함으로써 EL 층의 적층에 의해 초래되는 구동 전압의 증가를 억제할 수 있다는 점에 유의한다.

[0167] 본 실시형태에서는 두 개의 EL 층을 갖는 발광 소자가 나타나 있지만, 본 발명은 도 3b에 도시된 바와 같이 n 개의 EL 층 ((302(1)) 내지 (302(n))) (n은 3 이상임)이 적층된 발광 소자에도 유사하게 적용될 수 있다. 본 실시형태에 따른 발광 소자에서와 같이 한 쌍의 전극 사이에 다수의 EL 층들이 포함된 경우에, EL 층들 사이에 전하 생성층 (I) ((305(1)) 내지 (305(n-1)))을 제공함으로써, 전류 밀도를 낮게 유지하면서도 고휘도 영역에서 광 방출을 달성할 수 있다. 전류 밀도를 낮게 유지할 수 있으므로, 소자는 긴 수명을 가질 수 있다. 또한, 조명 장치에 적용 시에, 전극 재료의 저항으로 인한 전압 강하를 감소시킬 수 있고, 따라서 큰 면적에서의 균일한 광 방출이 가능해진다. 더욱이, 낮은 전압에서 구동될 수 있는, 낮은 소비 전력의 발광 장치를 달성할 수 있다.

[0168] EL 층으로 하여금 서로 상이한 색상의 광을 방출하게 함으로써, 발광 소자는 전체적으로 원하는 색의 광을 방출할 수 있다. 예를 들어, 제1 EL 층의 방출 색과 제2 EL 층의 방출 색이 보색이도록 하는 두 개의 EL 층을 갖는 발광 소자를 형성함으로써, 발광 소자는 전체적으로 백색의 광을 방출할 수 있다. 단어 "보색"은 혼합하면 무채색이 되는 색끼리의 관계를 의미한다는 점에 유의한다. 즉, 발광 물질로부터 수득된 광과 이것과 보색인 광을 혼합하면 백색 광 방출을 달성할 수 있다.

[0169] 또한, 이는 세 개의 EL 층들을 갖는 발광 소자에 적용될 수 있다. 예를 들어, 제1 EL 층의 방출 색이 적색이고 제2 EL 층의 방출 색이 빨색이고 제3 EL 층의 방출 색이 청색인 경우에, 발광 소자는 전체적으로 백색광을 방출할 수 있다.

[0170] 본 실시형태에서 기술된 구조는 다른 실시형태에서 기술된 임의의 구조와 적당하게 조합될 수 있다는 점에 유의한다.

[0171] (실시형태 5)

[0172] 본 실시형태에서는 본 발명의 한 실시형태인 발광 장치가 기술된다.

[0173] 본 실시형태에서 기술되는 발광 장치는 한 쌍의 전극 사이에서의 광 공명 효과를 이용하는 마이크로 광 공명기 (마이크로캐비티) 구조를 갖는다. 상기 발광 장치는 도 4에 도시된 바와 같이 각각 한 쌍의 전극 (반사 전극 (401) 및 반투과 반반사 전극 (402)) 사이에 적어도 EL 층 (405)을 갖는 다수의 발광 소자를 포함한다. 또한, EL 층 (405)은 적어도 발광 영역으로서 작용하는 발광층 (404) ((404R), (404G), 및 (404B))을 포함하고, 또한 정공-주입층, 정공-수송층, 전자-수송층, 전자-주입층, 전하 생성층 (E) 등을 포함할 수 있다. 발광층 (404)은 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물을 함유한다는 점에 유의한다.

[0174] 본 실시형태에서는, 도 4에 도시된 바와 같이 상이한 구조를 갖는 발광 소자들 (제1 발광 소자 (R) (410R), 제2 발광 소자 (G) (410G), 및 제3 발광 소자 (B) (410B))을 포함하는 발광 장치가 기술된다.

[0175] 제1 발광 소자 (R) (410R)은 반사 전극 (401) 위에 제1 투명 전도층 (403a); 제1 발광층 (B) (404B), 제2 발광층 (G) (404G), 및 제3 발광층 (R) (404R)을 일부에 포함하는 EL 층 (405); 및 반투과 반반사 전극 (402)이 순차적으로 적층된 구조를 갖는다. 제2 발광 소자 (G) (410G)는, 반사 전극 (401) 위에 제2 투명 전도층 (403b), EL 층 (405), 및 반투과 반반사 전극 (402)이 순차적으로 적층된 구조를 갖는다. 제3 발광 소자 (B) (410B)는 반사 전극 (401) 위에 EL 층 (405) 및 반투과 반반사 전극 (402)이 순차적으로 적층된 구조를 갖는다.

[0176] 상기 발광 소자 (제1 발광 소자 (R) (410R), 제2 발광 소자 (G) (410G), 및 제3 발광 소자 (B) (410B))에서, 반사 전극 (401), EL 층 (405), 및 반투과 반반사 전극 (402)은 공통이라는 점에 유의한다. 제1 발광층 (B) (404B)는 420 nm 내지 480 nm의 광장 영역에서 피크를 갖는 광 (λ_B)을 방출한다. 제2 발광층 (G) (404G)는 500 nm 내지 550 nm의 광장 영역에서 피크를 갖는 광 (λ_G)을 방출한다. 제3 발광층 (R) (404R)은 600 nm 내지 760 nm의 광장 영역에서 피크를 갖는 광 (λ_R)을 방출한다. 따라서, 각각의 발광 소자 (제1 발광 소자 (R) (410R), 제2 발광 소자 (G) (410G), 및 제3 발광 소자 (B) (410B))에서, 제1 발광층 (B) (404B)로부터 방출된 광, 제2 발광층 (G) (404G)로부터 방출된 광, 및 제3 발광층 (R) (404R)로부터 방출된 광이 서로 중첩됨으로써, 가시광 영역에 걸친 넓은 방출 스펙트럼을 갖는 광이 방출될 수 있다. 상기 광장은 $\lambda_B < \lambda_G < \lambda_R$ 의 관계를 충족 시킨다는 점에 유의한다.

- [0177] 본 실시형태에서 기술되는 각각의 발광 소자는 반사 전극 (401)과 반투과 반반사 전극 (402) 사이에 EL 층 (405)이 삽입된 구조를 갖는다. EL 층 (405) 내에 포함된 발광층으로부터 모든 방향으로 방출되는 광은 마이크로 광 공명기 (마이크로 캐비티)로서 기능하는 반사 전극 (401) 및 반투과 반반사 전극 (402)에 의해 공명된다. 반사 전극 (401)은 반사성을 갖는 전도성 재료에 의해 형성되고, 가시광 반사율이 40 % 내지 100 %, 바람직하게는 70 % 내지 100 %이며 저항률이 $1 \times 10^{-2} \Omega \text{cm}$ 이하인 막이 사용된다는 점에 유의한다. 또한, 반투과 반반사 전극 (402)은 반사성을 갖는 전도성 재료 및 광-투과 성질을 갖는 전도성 재료에 의해 형성되고, 가시광 반사율이 20 % 내지 80 %, 바람직하게는 40 % 내지 70 %이며 저항률이 $1 \times 10^{-2} \Omega \text{cm}$ 이하인 막이 사용된다.
- [0178] 본 실시형태에서는, 제1 발광 소자 (R) (410R) 및 제2 발광 소자 (G) (410G)에 제공된 투명 전도층 (제1 투명 전도층 (403a) 및 제2 투명 전도층 (403b))의 두께는 각각 발광 소자들 간에 다양하며, 따라서 발광 소자들은 반사 전극 (401)으로부터 반투과 반반사 전극 (402)까지의 광로 길이가 서로 상이하다. 즉, 각각의 발광 소자의 발광층으로부터 방출된, 넓은 방출 스펙트럼을 갖는 광에서, 반사 전극 (401)과 반투과 반반사 전극 (402) 사이에서 공명된 파장을 갖는 광은 강화될 수 있는 반면에 이들 사이에서 공명되지 않은 파장을 갖는 광은 감쇠될 수 있다. 따라서, 소자들이 반사 전극 (401)으로부터 반투과 반반사 전극 (402)까지의 광로 길이가 서로 상이할 때, 상이한 파장을 갖는 광이 추출될 수 있다.
- [0179] 광로 길이 (광학 거리라고도 지칭됨)는 실제 거리와 굴절률의 곱으로서 표현되고, 본 실시형태에서는, 실제 두께와 n (굴절률)의 곱이라는 점에 유의한다. 즉, 광로 길이 = 실제 두께 $\times n$ 이다.
- [0180] 또한, 제1 발광 소자 (R) (410R)에서 반사 전극 (401)으로부터 반투과 반반사 전극 (402)까지의 총 두께는 $m\lambda_R/2$ (m 은 자연수임)로 설정되고, 제2 발광 소자 (G) (410G)에서 반사 전극 (401)으로부터 반투과 반반사 전극 (402)까지의 총 두께는 $m\lambda_G/2$ (m 은 자연수임)로 설정되고, 제3 발광 소자 (B) (410B)에서 반사 전극 (401)으로부터 반투과 반반사 전극 (402)까지의 총 두께는 $m\lambda_B/2$ (m 은 자연수임)로 설정된다.
- [0181] 이렇게 해서, EL 층 (405) 내에 포함된 제3 발광층 (R) (404R)로부터 방출되는 광 (λ_R)은 주로 제1 발광 소자 (R) (410R)로부터 추출되고, EL 층 (405) 내에 포함된 제2 발광층 (G) (404G)로부터 방출되는 광 (λ_G)은 주로 제2 발광 소자 (G) (410G)로부터 추출되고, EL 층 (405) 내에 포함된 제1 발광층 (B) (404B)로부터 방출되는 광 (λ_B)은 주로 제3 발광 소자 (B) (410B)로부터 추출된다. 각각의 발광 소자로부터 추출된 광은 반투과 반반사 전극 (402) 측으로부터 방출된다는 점에 유의한다.
- [0182] 또한, 염밀하게 말하자면, 반사 전극 (401)으로부터 반투과 반반사 전극 (402)까지의 총 두께는 반사 전극 (401) 내의 반사 영역으로부터 반투과 반반사 전극 (402) 내의 반사 영역까지의 총 두께일 수 있다. 그러나, 반사 전극 (401) 및 반투과 반반사 전극 (402) 내의 반사 영역의 위치를 정확하게 결정하는 것은 어렵고, 따라서 반사 영역을 반사 전극 (401) 및 반투과 반반사 전극 (402) 내의 임의의 위치로 설정함으로써 상기 효과를 충분히 수득할 수 있다고 추정된다.
- [0183] 이어서, 제1 발광 소자 (R) (410R)에서, 반사 전극 (401)으로부터 제3 발광층 (R) (404R)까지의 광로 길이를 원하는 두께 ($(2m' + 1)\lambda_R/4$ (여기서 m' 은 자연수임))로 조절함으로써 제3 발광층 (R) (404R)로부터 방출된 광을 증폭시킬 수 있다. 제3 발광층 (R) (404R)로부터 방출된 광 중에서 반사 전극 (401)에 의해 반사되는 광 (제1 반사광)은 제3 발광층 (R) (404R)로부터 반투과 반반사 전극 (402)으로 직접 입사되는 광 (제1 입사광)과 간섭을 일으킨다. 따라서, 반사 전극 (401)으로부터 제3 발광층 (R) (404R)까지의 광로 길이를 원하는 값 ($(2m' + 1)\lambda_R/4$ (여기서 m' 은 자연수임))으로 조절함으로써, 제1 반사광의 위상과 제1 입사광의 위상을 서로 정렬시켜 제3 발광층 (R) (404R)로부터 방출된 광을 증폭시킬 수 있다.
- [0184] 염밀하게 말하자면, 반사 전극 (401)으로부터 제3 발광층 (R) (404R)까지의 광로 길이는 반사 전극 (401) 내의 반사 영역으로부터 제3 발광층 (R) (404R) 내의 발광 영역까지의 광로 길이일 수 있다는 점에 유의한다. 그러나, 반사 전극 (401) 내의 반사 영역 및 제3 발광층 (R) (404R) 내의 발광 영역의 위치를 정확하게 결정하는 것은 어렵고, 따라서 반사 영역 및 발광 영역을 각각 반사 전극 (401) 및 제3 발광층 (R) (404R) 내의 임의의 위치로 설정함으로써 상기 효과를 충분히 수득할 수 있다고 추정된다.
- [0185] 이어서, 제2 발광 소자 (G) (410G)에서, 반사 전극 (401)으로부터 제2 발광층 (G) (404G)까지의 광로 길이를 원하는 두께 ($(2m'' + 1)\lambda_G/4$ (여기서 m'' 은 자연수임))로 조절함으로써 제2 발광층 (G) (404G)로부터 방출된 광

을 증폭시킬 수 있다. 제2 발광층 (G) (404G)로부터 방출된 광 중에서 반사 전극 (401)에 의해 반사되는 광 (제2 반사광)은 제2 발광층 (G) (404G)로부터 반투과 반반사 전극 (402)으로 직접 입사되는 광 (제2 입사광)과 간섭을 일으킨다. 따라서, 반사 전극 (401)으로부터 제2 발광층 (G) (404G)까지의 광로 길이를 원하는 값 $((2m'' + 1)\lambda_6/4$ (여기서 m'' 은 자연수임))으로 조절함으로써, 제2 반사광의 위상과 제2 입사광의 위상을 서로 정렬시켜 제2 발광층 (G) (404G)로부터 방출된 광을 증폭시킬 수 있다.

[0186] 염밀하게 말하자면, 반사 전극 (401)으로부터 제2 발광층 (G) (404G)까지의 광로 길이는 반사 전극 (401) 내의 반사 영역으로부터 제2 발광층 (G) (404G) 내의 발광 영역까지의 광로 길이일 수 있다는 점에 유의한다. 그러나, 반사 전극 (401) 내의 반사 영역 및 제2 발광층 (G) (404G) 내의 발광 영역의 위치를 정확하게 결정하는 것은 결정하는 것은 어렵고, 따라서 반사 영역 및 발광 영역을 각각 반사 전극 (401) 및 제2 발광층 (G) (404G) 내의 임의의 위치로 설정함으로써 상기 효과를 충분히 수득할 수 있다고 추정된다.

[0187] 이어서, 제3 발광 소자 (B) (410B)에서, 반사 전극 (401)으로부터 제1 발광층 (B) (404B)까지의 광로 길이를 원하는 두께 $((2m''' + 1)\lambda_B/4$ (여기서 m''' 은 자연수임))로 조절함으로써 제1 발광층 (B) (404B)로부터 방출된 광을 증폭시킬 수 있다. 제1 발광층 (B) (404B)로부터 방출된 광 중에서 반사 전극 (401)에 의해 반사되는 광 (제3 반사광)은 제1 발광층 (B) (404B)로부터 반투과 반반사 전극 (402)으로 직접 입사되는 광 (제3 입사광)과 간섭을 일으킨다. 따라서, 반사 전극 (401)으로부터 제1 발광층 (B) (404B)까지의 광로 길이를 원하는 값 $((2m''' + 1)\lambda_B/4$ (여기서 m''' 은 자연수임))으로 조절함으로써, 제3 반사광의 위상과 제3 입사광의 위상을 서로 정렬시켜 제1 발광층 (B) (404B)로부터 방출된 광을 증폭시킬 수 있다.

[0188] 염밀하게 말하자면, 제3 발광 소자에서 반사 전극 (401)으로부터 제1 발광층 (B) (404B)까지의 광로 길이는 반사 전극 (401) 내의 반사 영역으로부터 제1 발광층 (B) (404B) 내의 발광 영역까지의 광로 길이일 수 있다는 점에 유의한다. 그러나, 반사 전극 (401) 내의 반사 영역 및 제1 발광층 (B) (404B) 내의 발광 영역의 위치를 정확하게 결정하는 것은 어렵고, 따라서 반사 영역 및 발광 영역을 각각 반사 전극 (401) 및 제1 발광층 (B) (404B) 내의 임의의 위치로 설정함으로써 상기 효과를 충분히 수득할 수 있다고 추정된다.

[0189] 상기 구조에서 각각의 발광 소자는 EL 층 내에 다수의 발광층들을 포함하지만, 본 발명은 이로만 제한되는 것은 아니라는 점에 유의하며, 예를 들어, 실시형태 4에서 기술된 텐덤형 발광 소자의 구조는 조합될 수 있고, 이 경우에 다수의 EL 층들 및 이를 사이에 삽입된 전하 생성층은 하나의 발광 소자에 제공되고 하나 이상의 발광층은 각각의 EL 층 내에 형성된다.

[0190] 본 실시형태에서 기술된 발광 장치는, 동일한 EL 층을 가지고 있어도 발광 소자에 따라 상이한 파장을 갖는 광을 추출할 수 있어서 R, G, 및 B의 색을 위한 발광 소자를 형성할 필요가 없는 마이크로캐비티 구조를 갖는다. 따라서, 상기 구조는 보다 높은 해상도의 표시 등을 달성하기가 용이하기 때문에 전색 표시를 위해 유리하다. 또한, 정면 방향으로의 예정된 파장을 갖고서 방출 세기가 증가될 수 있고, 그럼으로써 소비 전력이 감소될 수 있다. 상기 구조는 세 가지 이상의 색의 화소를 포함하는 색 표시 (영상 표시 장치)에 적용되는 경우에 특히 유용하지만 조명 등에도 적용될 수 있다.

[0191] (실시형태 6)

[0192] 본 실시형태에서, 발광층에 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 촉물이 사용된 발광 소자를 포함하는 발광 장치가 기술된다.

[0193] 발광 장치는 수동 매트릭스형 발광 장치 또는 능동 매트릭스형 발광 장치일 수 있다. 다른 실시형태에서 기술된 임의의 발광 소자는 본 실시형태에서 기술된 발광 장치에 적용될 수 있다는 점에 유의한다.

[0194] 본 실시형태에서, 능동 매트릭스형 발광 장치는 도 5a 및 5b를 참조하여 기술된다.

[0195] 도 5a는 발광 장치를 도시하는 상면도이고 도 5b는 도 5a에서 쇄선 A - A'를 따라 취해진 단면도라는 점에 유의한다. 본 실시형태에 따른 능동 매트릭스형 발광 장치는 소자 기판 (501) 위에 제공된 화소부 (502), 구동 회로부 (소스선 구동회로) (503), 및 구동 회로부 (게이트선 구동 회로) (504) (504a 및 504b)를 갖는다. 화소부 (502), 구동 회로부 (503), 및 구동 회로부 (504)는 실린트 (505)에 의해 소자 기판 (501)과 밀봉 기판 (506) 사이에 밀봉되어 있다.

[0196] 또한, 인입선(lead wiring) (507)이 소자 기판 (501) 위에 제공된다. 인입선 (507)은 외부로부터의 신호 (예를 들어, 비디오 신호, 클럭 신호, 스타트 신호, 및 리셋 신호 등) 또는 전위를 구동 회로부 (503) 및 구동 회로부

(504)에 전달하는 외부 입력 단자를 접속하기 위해 제공된다. 여기서는, 연성 인쇄 회로 (FPC) (508)가 외부 입력 단자로서 제공된 예가 나타나 있다. FPC (508)가 단독으로 도시되어 있지만, 이러한 FPC에는 인쇄 배선 기판 (PWB)이 제공될 수도 있다. 본 명세서의 발광 장치는, 그의 카테고리 내에서, 발광 장치 자체 뿐만 아니라, FPC 또는 PWB가 제공된 발광 장치도 포함한다.

[0197] 이어서, 단면 구조가 도 5b를 참조하여 기술된다. 구동 회로부 및 화소부가 소자 기판 (501) 위에 형성되어 있는데, 여기서는 소스선 구동 회로인 구동 회로부 (503) 및 화소부 (502)가 도시되어 있다.

[0198] 구동 회로부 (503)는 n-채널형 TFT (509)와 p-채널형 TFT (510)의 조합인 CMOS 회로가 형성된 한 예이다. 다양한 CMOS 회로, PMOS 회로, 또는 NMOS 회로를 사용하여 구동 회로부 내에 포함된 회로를 형성할 수 있다는 점에 유의한다. 본 실시형태에서는 구동 회로가 기판 위에 형성된 구동집적형이 나타나 있지만, 구동 회로는 반드시 기판 위에만 형성될 필요는 없고, 기판 밖에도 형성될 수 있다.

[0199] 화소부 (502)는, 각각 스위칭용 TFT (511), 전류 제어용 TFT (512), 및 전류 제어용 TFT (512)의 배선 (소스 전극 또는 드레인 전극)에 전기적으로 접속된 제1 전극 (양극) (513)을 포함하는 다수의 화소에 의해 형성된다. 절연체 (514)는 제1 전극 (양극) (513)의 단부를 덮도록 형성되어 있다는 점에 유의한다. 본 실시형태에서는, 절연체 (514)는 포지티브형 감광성 아크릴 수지에 의해 형성된다.

[0200] 절연체 (514)는 바람직하게는 절연체 (514) 위에 적층되는 막에 의한 유리한 피복을 달성하기 위해서 그의 상단부 또는 하단부에 곡률을 갖는 곡면을 갖는다. 예를 들어, 절연체 (514)의 재료로서 포지티브형 감광성 아크릴 수지를 사용하는 경우에, 절연체 (514)는 바람직하게는 상단부에서 곡률 반경 ($0.2 \mu\text{m}$ 내지 $3 \mu\text{m}$)을 갖는 곡면을 갖는다. 절연체 (514)는 네가티브형 감광성 수지 또는 포지티브형 감광성 수지에 의해 형성될 수 있다는 점에 유의한다. 절연체 (514)의 재료는 유기 화합물로만 제한되지는 않으며, 산화실리콘 또는 산화질화실리콘 등의 무기 화합물이 사용될 수도 있다.

[0201] EL 층 (515) 및 제2 전극 (음극) (516)이 제1 전극 (양극) (513) 위에 적층된다. EL 층 (515) 내에는, 적어도, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물을 함유하는 발광층이 제공된다. 또한, EL 층 (515) 내에는, 발광 층 외에도, 정공-주입층, 정공-수송층, 전자-수송층, 전자-주입층, 전자 생성층 등이 적당하게 제공될 수 있다.

[0202] 발광 소자 (517)는 제1 전극 (양극) (513), EL 층 (515), 및 제2 전극 (음극) (516)의 적층 구조로 형성된다. 제1 전극 (양극) (513), EL 층 (515), 및 제2 전극 (음극) (516)에는, 실시형태 2에서 기술된 재료가 사용될 수 있다. 도시되지는 않았지만, 제2 전극 (음극) (516)은 외부 입력 단자인 FPC (508)에 전기적으로 접속되어 있다.

[0203] 도 5b의 단면도에는 단 하나의 발광 소자 (517)가 도시되어 있지만, 다수의 발광 소자가 화소부 (502) 내에 매트릭스 형태로 배열된다. 세 가지 종류의 색 (R, G, B)을 방출하는 발광 소자가 화소부 (502) 내에 선택적으로 형성됨으로써, 모든 색을 표시할 수 있는 발광 장치가 제조될 수 있다. 또 다르게는, 모든 색을 표시할 수 있는 발광 장치는 색 필터의 조합에 의해 제조될 수 있다.

[0204] 또한, 밀봉 기판 (506)이 실런트 (505)에 의해 소자 기판 (501)에 부착됨으로써, 발광 소자 (517)는 소자 기판 (501), 밀봉 기판 (506), 및 실런트 (505)로 둘러싸인 공간 (518) 내에 제공된다. 공간 (518)은 불활성 기체 (예컨대 질소 또는 아르곤), 또는 실런트 (505)로써 채워질 수 있다.

[0205] 실런트 (505)에는 에폭시계 수지가 바람직하게 사용된다. 상기 재료는 가능한 한 수분 또는 산소를 투과시키지 않는 것이 바람직하다. 밀봉 기판 (506)으로서, 유리 기판, 석영 기판, 또는 유리섬유 강화 플라스틱 (FRP), 폴리(비닐 플루오라이드 (PVF), 폴리에스테르 또는 아크릴 등)에 의해 형성된 플라스틱 기판이 사용될 수 있다.

[0206] 상기에서 기술된 바와 같이, 능동 매트릭스형 발광 장치가 수득될 수 있다.

[0207] 본 실시형태에서 기술된 구조는 다른 실시형태에서 기술된 임의의 구조와 적당하게 조합될 수 있다는 점에 유의한다.

[0208] (실시형태 7)

[0209] 본 실시형태에서는, 발광 장치를 사용하여 완성된 다양한 전자 장치의 예가 도 6a 내지 6d 및 도 7a 내지 7c를 참조하여 기술된다. 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물이 발광 장치에 적용된다.

[0210] 발광 장치가 적용된 전자 장치의 예는 텔레비전 장치 (텔레비전, 또는 텔레비전 수신기라고도 지칭됨), 컴퓨터 등의 모니터, 카메라, 예컨대 디지털 카메라 또는 디지털 비디오 카메라, 디지털 포토 프레임, 이동전화기(휴대

용 전화, 휴대용 전화 장치라고도 지칭됨), 휴대용 게임기, 휴대용 정보 단말기, 음향 재생 장치, 및 대형 게임기, 예컨대 과정코 기계이다. 이러한 전자 장치의 구체적인 예는 도 6a 내지 6d에 도시되어 있다.

[0211] 도 6a에는 텔레비전 세트의 한 예가 도시되어 있다. 텔레비전 세트 (7100)에서, 표시부 (7103)는 하우징 (7101)에 내장되어 있다. 영상은 표시부 (7103)에 표시될 수 있고, 발광 장치가 표시부 (7103)에 사용될 수 있다. 또한, 여기서는, 하우징 (7101)은 스텐드 (7105)에 의해 지지된다.

[0212] 텔레비전 장치 (7100)의 조작은 하우징 (7101)의 조작 스위치 또는 별개의 리모컨 (7110)에 의해 수행될 수 있다. 리모컨 (7110)의 조작 키 (7109)에 의해, 채널 및 음량이 제어될 수 있고 표시부 (7103)에 표시되는 영상이 제어될 수 있다. 또한, 리모컨 (7110)에는 상기 리모컨 (7110)으로부터 출력된 데이터를 표시하는 표시부 (7107)가 제공될 수 있다.

[0213] 텔레비전 세트 (7100)에는 수신기, 모뎀 등이 제공된다는 점에 유의한다. 수신기에 의해, 일반적인 텔레비전 방송이 수신될 수 있다. 또한, 텔레비전 세트 (7100)가 모뎀을 통해 유선 또는 무선에 의해 통신 네트워크에 접속될 때, 일방향 (송신자로부터 수신자로) 또는 쌍방향 (송신자와 수신자 사이, 또는 수신자들 사이 등)의 데이터 통신이 수행될 수 있다.

[0214] 도 6b에는 본체 (7201), 하우징 (7202), 표시부 (7203), 키보드 (7204), 외부 접속 포트 (7205), 포인팅 디바이스 (7206) 등을 갖는 컴퓨터가 도시되어 있다. 표시부 (7203)에 발광 장치를 사용하여 이러한 컴퓨터를 제조한다는 점에 유의한다.

[0215] 도 6c에는, 개폐 가능하도록 연결부 (7303)에 의해 연결되어 있는 두 개의 하우징인 하우징 (7301) 및 하우징 (7302)를 갖는 휴대용 게임기가 도시되어 있다. 표시부 (7304)가 하우징 (7301)에 내장되어 있고 표시부 (7305)가 하우징 (7302)에 내장되어 있다. 또한, 도 6c에 도시된 휴대용 게임기는 스피커부 (7306), 기록 매체 삽입부 (7307), LED 램프 (7308), 입력 수단 (조작 키 (7309), 접속 단자 (7310), 센서 (7311) (힘, 변위, 위치, 속도, 각속도, 회전수, 거리, 광, 액체, 자기, 온도, 화학물질, 음성, 시간, 경도, 전기장, 전류, 전압, 전력, 방사선, 유속, 습도, 구배, 진동, 냄새 또는 적외선을 측정하는 기능을 갖는 센서), 및 마이크 (7312)) 등을 포함한다. 물론, 휴대용 게임기의 구조는, 발광 장치가 표시부 (7304)와 표시부 (7305) 중 적어도 하나에 사용되는 한, 상기로만 제한되는 것은 아니며 다른 부속장치를 적당하게 포함할 수 있다. 도 6c에 도시된 휴대용 게임기는 기록 매체에 저장되어 있는 프로그램 또는 데이터를 읽어 이를 표시부에 표시하는 기능, 및 또 다른 휴대용 게임기와 무선 통신을 통해 정보를 공유하는 기능을 갖는다. 도 6c에 도시된 휴대용 게임기의 기능은 이로만 제한되는 것은 아니며, 휴대용 게임기는 다양한 기능을 가질 수 있다.

[0216] 도 6d에는 이동전화기의 한 예가 도시되어 있다. 이동전화기 (7400)에는 하우징 (7401)에 내장된 표시부 (7402), 조작 버튼 (7403), 외부 접속 포트 (7404), 스피커 (7405), 마이크 (7406) 등이 제공되어 있다. 표시부 (7402)에 발광 장치를 사용하여 이동전화기 (7400)를 제조한다는 점에 유의한다.

[0217] 도 6d에 도시된 이동전화기 (7400)의 표시부 (7402)를 손가락 등으로 터치함으로써, 데이터를 이동전화기 (7400)에 입력할 수 있다. 또한, 전화를 걸거나 또는 메일을 작성하는 등의 조작을, 표시부 (7402)를 손가락 등으로 터치함으로써, 수행할 수 있다.

[0218] 표시부 (7402)는 주로 세 가지의 화면 모드를 갖는다. 첫 번째 모드는 영상의 표시를 주로 하는 표시 모드이다. 두 번째 모드는 문자 등의 데이터의 입력을 주로 하는 입력 모드이다. 세 번째 모드는 표시 모드와 입력 모드의 두 가지 모드가 조합된 표시-입력 모드이다.

[0219] 예를 들어, 전화를 걸거나 또는 메일을 작성하는 경우에, 표시부 (7402)를, 문자의 입력을 주로 하는 문자 입력 모드로 선택하여 화면에 표시된 문자를 입력할 수 있다. 이 경우에, 표시부 (7402)의 화면의 거의 전체에 키보드 또는 번호 버튼을 표시하는 것이 바람직하다.

[0220] 기울기를 감지하는 센서, 예컨대 자이로스코프, 가속도 센서를 포함하는 감지 장치가 이동전화기 (7400) 내부에 제공되는 경우에, 이동전화기 (7400)의 방향을 (이동전화기를 가로 모드 또는 세로 모드를 위해 수평으로 놓을지 수직으로 놓을지를) 결정함으로써 표시부 (7402)의 화면 표시가 자동적으로 전환되도록 할 수 있다.

[0221] 화면 모드는 표시부 (7402)를 터치하는 것 또는 하우징 (7401)의 조작 버튼 (7403)을 조작하는 것에 의해 전환된다. 화면 모드는 표시부 (7402)에 표시되는 영상의 종류에 따라 전환될 수도 있다. 예를 들어, 표시부에 표시된 영상 신호가 동영상 데이터의 신호이면, 화면 모드는 표시 모드로 전환된다. 신호가 문자 데이터의 신호이면, 화면 모드는 입력 모드로 전환된다.

- [0222] 더욱이, 입력 모드에서는, 표시부 (7402) 내의 광학 센서에 의해 감지되는 신호가 감지되고, 표시부 (7402)의 터치에 의한 입력이 특정한 기간 동안 수행되지 않은 경우에는, 화면 모드는 입력 모드에서 표시 모드로 전환되도록 제어될 수 있다.
- [0223] 표시부 (7402)는 영상 센서로서 기능할 수 있다. 예를 들어, 표시부 (7402)에 손바닥 또는 손가락으로 터치하여 장문, 지문 등을 촬영함으로써 본인 인증을 수행할 수 있다. 또한, 근적외선광을 방출하는 후면조명 또는 센싱용 광원을 표시부 내에 제공함으로써, 손가락 정맥, 손바닥 정맥 등을 촬영할 수 있다.
- [0224] 도 7a 및 7b에는 접을 수 있는 태블릿 단말기가 도시되어 있다. 도 7a에서는 태블릿 단말기가 열려 있다. 태블릿 단말기는 하우징 (9630), 표시부 (9631a), 표시부 (9631b), 표시 모드 스위치 (9034), 전원 스위치 (9035), 절전 스위치 (9036), 결쇠 (9033), 및 조작 스위치 (9038)를 포함한다. 표시부 (9631a)와 표시부 (9631b) 중 하나 또는 둘 다에 발광 장치를 사용하여 태블릿 단말기를 제조한다.
- [0225] 표시부 (9631a)의 일부는 터치 패널 영역 (9632a)일 수 있고, 표시된 조작 키 (9637)를 터치함으로써, 데이터를 입력할 수 있다. 표시부 (9631a) 내의 절반 영역이 표시 기능만을 갖고 다른 절반 영역은 터치 패널 기능을 갖는 구조가 예시되어 있지만, 표시부 (9631a)는 상기 구조로만 제한되는 것은 아니다. 표시부 (9631a) 내의 전체 영역이 터치 패널 기능을 가질 수 있다. 예를 들어, 표시부 (9631a)는 키보드 버튼을 터치 패널인 전체 영역에 표시할 수 있고, 표시부 (9631b)는 표시 화면으로서 사용될 수 있다.
- [0226] 표시부 (9631a)에서와 같이, 표시부 (9631b)의 일부는 터치 패널 영역 (9632b)일 수 있다. 터치 패널에 표시된 키보드 표시 전환 버튼 (9639)을 손가락, 스타일러스 등을 사용하여 터치하면, 키보드가 표시부 (9631b)에 표시될 수 있다.
- [0227] 터치 입력을 터치 패널 영역 (9632a) 및 터치 패널 영역 (9632b)에서 동시에 수행할 수 있다.
- [0228] 표시 모드 스위치 (9034)는 예를 들어 세로 모드와 가로 모드 등 사이에, 및 단색 표시와 다색 표시 사이에서 표시를 전환할 수 있다. 절전 스위치 (9036)는 태블릿 단말기의 사용 시에 태블릿 단말기에 내장된 광학 센서에 의해 감지된 외부 광의 양에 따라 표시 휘도를 제어할 수 있다. 광학 센서 외에도, 기울기를 감지하는 센서, 예컨대 자이로스코프 또는 가속도 센서를 포함하는 또 다른 감지 장치가 태블릿 단말기에 내장될 수 있다.
- [0229] 도 7a에는 표시부 (9631a) 및 표시부 (9631b)가 동일한 표시 면적을 갖는 예가 나타나 있지만, 이에 제한되지 않고서, 표시부들 중 하나는 크기 및 화질에 있어서 다른 표시부와 상이할 수 있다는 점에 유의한다. 예를 들어, 보다 높은 해상도의 영상이 표시부 (9631a)와 표시부 (9631b) 중 하나에 표시될 수 있다.
- [0230] 도 7b에서는 태블릿 단말기가 닫혀 있다. 태블릿 단말기는 하우징 (9630), 태양광 셀 (9633), 충방전 제어 회로 (9634), 전지 (9635), 및 DCDC 컨버터 (9636)를 포함한다. 도 7b에서는, 전지 (9635) 및 DCDC 컨버터 (9636)를 포함하는 구조가 충방전 제어 회로 (9634)의 한 예로서 도시되어 있다.
- [0231] 태블릿 단말기는 접힐 수 있기 때문에, 태블릿 단말기가 사용되지 않을 때에는 하우징 (9630)은 닫혀 있다. 그 결과, 표시부 (9631a) 및 표시부 (9631b)가 보호될 수 있고, 따라서 장기간 사용의 측면에서 탁월한 내구성 및 탁월한 신뢰성을 갖는 태블릿 단말기가 제공될 수 있다.
- [0232] 또한, 도 7a 및 7b에 도시된 태블릿 단말기는 다양한 종류의 데이터 (예를 들어, 정지 영상, 동영상, 및 문자 영상)를 표시하는 기능, 달력, 일자, 시간 등을 표시부에 표시하는 기능, 터치 입력에 의해 표시부에 표시된 데이터를 조작 또는 편집하는 터치-입력 기능, 다양한 종류의 소프트웨어 (프로그램)에 의한 처리를 제어하는 기능 등을 가질 수 있다.
- [0233] 태블릿 단말기의 표면 위에 제공된 태양광 셀 (9633)은 터치 패널, 표시부, 비디오 신호 처리부 등에 전력을 공급할 수 있다. 태양광 셀 (9633)이 하우징 (9630)의 한 쪽 또는 양쪽 표면 위에 제공될 수 있어서, 바람직하게도, 전지 (9635)를 충전하여 전력을 공급할 수 있다는 점에 유의한다. 전지 (9635)로서 리튬 이온 전지를 사용하는 것이 소형화 등에 있어서 유리하다.
- [0234] 도 7b에 도시된 충방전 제어 회로 (9634)의 구조 및 조작은 도 7c의 블록 선도를 참조하여 기술될 것이다. 태양광 셀 (9633), 전지 (9635), DCDC 컨버터 (9636), 컨버터 (9638), 스위치 SW1 내지 SW3, 및 표시부 (9631)가 도 7c에 도시되어 있고, 전지 (9635), DCDC 컨버터 (9636), 컨버터 (9638), 및 스위치 SW1 내지 SW3은 도 7b에 도시된 충방전 제어 회로 (9634)에 상응한다.

- [0235] 우선, 외부 광을 사용하여 태양광 셀 (9633)을 통해 전력을 생성시키는 경우의 조작 예가 기술된다. 태양광 셀 (9633)에 의해 생성된 전력의 전압은, 상기 전력이 전지 (9635)를 충전시키기 위한 전압을 갖게 되도록, DCDC 컨버터 (9636)에 의해 상승 또는 강하한다. 따라서, 태양광 셀 (9633)로부터의 전력이 표시부 (9631)의 조작을 위해 사용될 때, 스위치 SW1이 켜지고 전력의 전압은 표시부 (9631)를 위해 필요한 전압이 되도록 컨버터 (9638)에 의해 상승 또는 강하한다. 또한, 표시부 (9631)에서의 표시가 수행되지 않을 경우에, 스위치 SW1은 꺼지고 전지 (9635)가 충전될 수 있도록 스위치 SW2는 켜진다.
- [0236] 태양광 셀 (9633)이 전력 생성 수단의 한 예로서 기술되어 있지만, 이에 제한되지 않고서, 전지 (9635)를 또 다른 전력 생성 수단, 예컨대 압전 소자 또는 열전 전환 소자 (펠티에(Peltier) 소자)를 사용하여 충전시킬 수 있다는 점에 유의한다. 예를 들어, 전지 (9635)는 무선 (비-접촉식)으로 전력을 전송 및 수송함으로써 충전할 수 있는 비-접촉식 전력 전송 모듈, 또는 조합하여 사용되는 또 다른 충전 수단에 의해 충전될 수 있다.
- [0237] 물론, 본 발명의 한 실시형태는, 본 실시형태에서 기술된 표시부가 포함되는 한, 도 7a 내지 7c에서 도시된 전자 장치로만 제한되지는 않는다.
- [0238] 상기에서 기술된 바와 같이, 본 발명의 한 실시형태인 발광 장치를 적용함으로써 전자 장치를 수득할 수 있다. 발광 장치는 매우 넓은 응용 범위를 갖고, 다양한 분야에서 전자 장치에 적용될 수 있다.
- [0239] 본 실시형태에서 기술된 구조는 다른 실시형태에서 기술된 임의의 구조와 적당하게 조합될 수 있다는 점에 유의한다.
- [0240] (실시형태 8)
- [0241] 본 실시형태에서는, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물을 포함하는 발광 장치가 적용된 조명 장치의 예가 도 8을 참조하여 기술된다.
- [0242] 도 8에는 발광 장치가 실내 조명 장치 (8001)로서 사용된 한 예가 도시되어 있다. 발광 장치는 큰 면적을 가질 수 있기 때문에, 큰 면적을 갖는 조명 장치에 사용될 수 있다. 또한, 곡면을 갖는 하우징을 사용함으로써, 발광 영역이 곡면을 갖는 조명 장치 (8002)를 수득할 수도 있다. 본 실시형태에서 기술된 발광 장치 내에 포함되는 발광 소자는 박막형이므로 하우징을 보다 자유롭게 설계하는 것이 허용된다. 따라서, 조명 장치를 다양한 방식으로 정밀하게 설계할 수 있다. 또한, 실내의 벽면에 대형의 조명 장치 (8003)를 제공할 수 있다.
- [0243] 더욱이, 발광 장치를 테이블의 표면으로서 사용함으로써 테이블을 위해 사용하면, 테이블로서의 기능을 갖는 조명 장치 (8004)를 수득할 수 있다. 발광 장치를 다른 가구의 일부로서 사용하면, 가구로서의 기능을 갖는 조명 장치를 수득할 수 있다.
- [0244] 이렇게 해서, 발광 장치가 적용된 다양한 발광 장치를 수득할 수 있다. 상기 발광 장치도 본 발명의 실시형태라는 점에 유의한다.
- [0245] 본 실시형태에서 기술된 구조는 다른 실시형태에서 기술된 임의의 구조와 적당하게 조합될 수 있다는 점에 유의한다.
- [0246] [실시예 1]
- [0247] <<합성 실시예 1>>
- [0248] 본 실시예에서는, 실시형태 1에서 구조식 (100)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 비스(4,6-디메틸-2-[3-(3,5-디메틸페닐)-5-페닐-2-페라지닐-κN]페닐-κC)(2,6-디메틸-3,5-헵坦디오나토-κ²O, O')이리듐(III) (약칭: [Ir(dmdppr-P)₂(dibm)])의 합성 방법이 기술된다. [Ir(dmdppr-P)₂(dibm)] (약칭)의 구조는 하기에 나타나 있다.
- (100)

[Ir(dmdppr-P)₂(dibm)]
- [0249]

[0250]

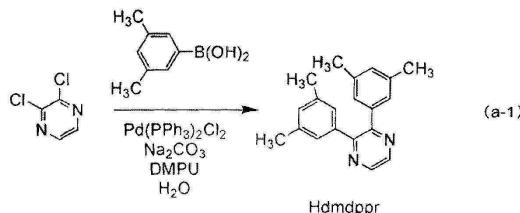
<수순 1: 2,3-비스(3,5-디메틸페닐)피라진 (약칭: Hdmdppr)의 합성>

[0251]

우선, 2,3-디클로로피라진 5.00 g, 3,5-디메틸페닐붕소산 10.23 g, 탄산나트륨 7.19 g, 비스(트리페닐포스핀)팔라듐(II) 디클로라이드 ($\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$) 0.29 g, 물 20 mL, 및 아세토니트릴 20 mL를, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이 반응 용기에 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 여기서, 또한 3,5-디메틸페닐붕소산 2.55 g, 탄산나트륨 1.80 g, $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$ 0.070 g, 물 5 mL, 및 아세토니트릴 5 mL를 상기 플라스크에 넣고 다시 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다.

[0252]

이어서, 이 용액에 물을 첨가하고, 유기 층을 디클로로메탄으로써 추출하였다. 수득된 유기 층을 탄산수소나트륨의 포화 수용액, 물, 및 포화 염수로써 세척하고, 황산마그네슘으로써 건조시켰다. 상기 건조 후에, 용액을 여과하였다. 이 용액의 용매를 증류 제거한 후, 수득된 잔류물을, 전개 용매로서 5:1의 부피비의 헥산 및 에틸아세테이트를 사용하는 플래쉬 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하였다. 용매를 증류 제거하고, 수득된 고체를 전개 용매로서 10:1의 부피비의 디클로로메탄 및 에틸 아세테이트를 사용하는 플래쉬 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하여, 제조될 피라진 유도체인 Hdmdppr (약칭)을 백색 분말로서 44 %의 수율로 수득하였다. 극초단파의 조사를 극초단파 합성 시스템 (CEM 코포레이션(CEM Corporation)에 의해 제조된 디스커버(Discover))을 사용하여 수행했다는 점에 유의한다. 수순 1의 합성 방법이 (a-1)에 나타나 있다.

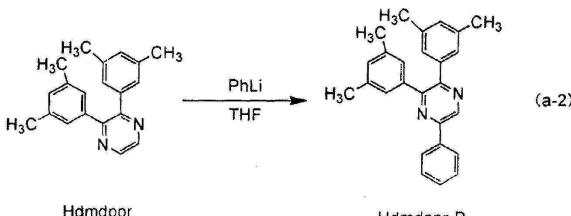


[0253]

<수순 2: 2,3-비스(3,5-디메틸페닐)-5-페닐피라진 (약칭: Hdmdppr-P)의 합성>

[0254]

우선, 수순 1에서 수득된 Hdmdppr (약칭) 4.28 g 및 무수 THF 80 mL를 3목 플라스크에 넣고 플라스크 내의 공기를 질소로 교체하였다. 플라스크를 열음으로써 냉각시킨 후에, 페닐 리튬 (부틸 에테르 중 페닐 리튬의 1.9 M 용액) 9.5 mL를 적가하고, 혼합물을 실온에서 23 시간 30 분 동안 교반하였다. 반응한 용액을 물에 붓고 용액을 클로로포름으로써 추출하였다. 수득된 유기 층을 물 및 포화 염수로써 세척하고, 황산마그네슘으로써 건조시켰다. 수득된 혼합물에 산화망간을 첨가하고 혼합물을 30 분 동안 교반하였다. 이어서, 용액을 여과하고 용매를 증류 제거하였다. 수득된 잔류물을, 전개 용매로서 디클로로메탄을 사용하는 실리카겔 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하여, 제조될 피라진 유도체인 Hdmdppr-P (약칭)를 주황색 오일로서 26 %의 수율로 수득하였다. 수순 2의 합성 방법이 (a-2)에 나타나 있다.

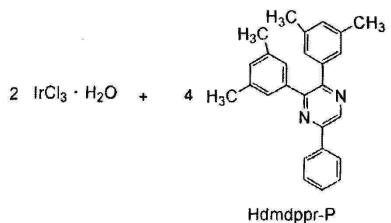
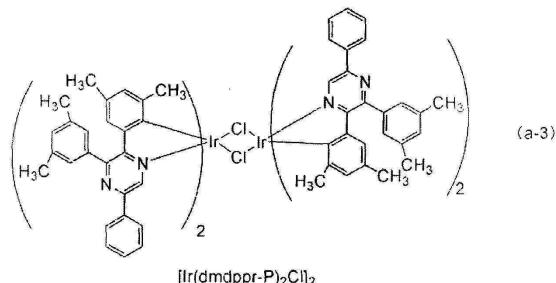


[0255]

<수순 3: 디- μ -클로로-테트라카이스{4,6-디메틸-2-[3-(3,5-디메틸페닐)-5-페닐-2-피라지닐- κM]페닐- κC }디이리듐(III) (약칭: $[\text{Ir}(\text{dmddppr-P})_2\text{Cl}_2]$)의 합성>

[0256]

이어서, 2-에톡시에탄올 15 mL, 물 5 mL, 수순 2에서 수득된 Hdmdppr-P (약칭) 1.40 g, 및 염화이리듐 수화물 ($\text{IrCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) (시그마-알드리치 코포레이션(Sigma-Aldrich Corporation)에 의해 제조됨) 0.51 g을, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 1 시간 동안 조사함으로써 반응을 초래하였다. 용매를 증류 제거하고, 이어서 수득된 잔류물을 흡인-여과하고 에탄올로써 세척하여, 이핵 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmddppr-P})_2\text{Cl}_2]$ (약칭)를 적갈색 분말로서 58 %의 수율로 수득하였다. 수순 3의 합성 방법이 (a-3)에 나타나 있다.

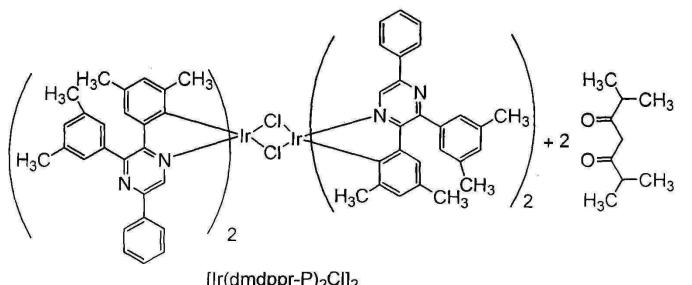
2-에톡시에탄올/ H_2O 

[0259]

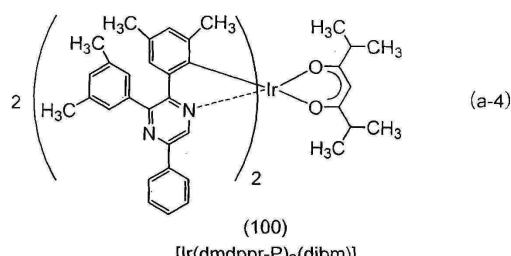
<수순 4: 비스{4,6-디메틸-2-[3-(3,5-디메틸페닐)-5-페닐-2-피라지닐-κN]페닐-κC}(2,6-디메틸-3,5-헵탄디오나토-κ²O,O')이리듐(III) (약칭: [$\text{Ir}(\text{dmdppr-P})_2(\text{dibm})$])의 합성>

[0261]

또한, 2-에톡시에탄올 30 mL, 수순 3에서 수득된 이핵 착물인 [$\text{Ir}(\text{dmdppr-P})_2\text{Cl}]_2$ 0.94 g, 디이소부티릴메탄 (약칭: Hdibm) 0.23 g, 및 탄산나트륨 0.52 g을, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 120 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 용매를 증류 제거하고, 수득된 잔류물을 에탄올로 써 흡인-여과하였다. 수득된 고체를 물 및 에탄올로 써 세척하고 디클로로메탄과 에탄올의 혼합 용매를 사용하여 재결정화를 수행하여, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 [$\text{Ir}(\text{dmdppr-P})_2(\text{dibm})$] (약칭)을 암적색 분말로서 75 %의 수율로 수득하였다. 수순 4의 합성 방법이 (a-4)에 나타나 있다.



Na_2CO_3
2-에톡시에탄올



[0262]

[0263] 상기 합성 방법에 의해 수득된 암적색 분말의 핵자기 공명 ($^1\text{H-NMR}$) 분광법에 의한 분석 결과가 하기에서 기술된다. 도 9는 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다. 이 결과를 통해, 구조식 (100)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 [$\text{Ir}(\text{dmdppr-P})_2(\text{dibm})$] (약칭)이 합성 실시예 1에서 수득되었음을 알게 되었다.

[0264] $^1\text{H-NMR}$. δ (CDCl₃): 0.79 (d, 6H), 0.96 (d, 6H), 1.41 (s, 6H), 1.96 (s, 6H), 2.24-2.28 (m, 2H), 2.41 (s, 12H), 5.08 (s, 1H), 6.46 (s, 2H), 6.82 (s, 2H), 7.18 (s, 2H), 7.39-7.50 (m, 10H), 8.03 (d, 4H), 8.76 (s, 2H).

[0265] 이어서, [Ir(dmdppr-P)₂(dibm)] (약칭)의 디클로로메탄 용액의 자외선-가시광선 흡수 스펙트럼 (하기에서는 간단히 "흡수 스펙트럼"이라고 지칭됨) 및 그의 방출 스펙트럼을 측정하였다. 흡수 스펙트럼의 측정을 실온에서 수행하였고, 이를 위해 자외선-가시광선 분광광도계 (재팬 스펙트로스코피 코포레이션(Japan Spectroscopy Corporation)에 의해 제조된 V550 유형)를 사용하고 디클로로메탄 용액 (0.062 mmol/l)을 석영 셀에 넣었다. 또한, 방출 스펙트럼의 측정을 실온에서 수행하였고, 이를 위해 형광 분광광도계 (하마마쓰 포토닉스 주식회사 (Hamamatsu Photonics K. K.)에 의해 제조된 FS920)를 사용하고 탈기된 디클로로메탄 용액 (0.010 mmol/l)을 석영 셀에 넣었다. 수득된 흡수 및 방출 스펙트럼의 측정 결과가 도 10에 나타나 있고, 여기서 가로축은 파장을 나타내고, 세로축은 흡수 세기 및 방출 세기를 나타낸다. 두 개의 실선이 존재하는 도 10에서, 얇은 선은 흡수 스펙트럼을 나타내고 두꺼운 선은 방출 스펙트럼을 나타낸다. 도 10에서 흡수 스펙트럼은, 디클로로메탄만을 석영 셀에 넣음으로써 측정한 흡수 스펙트럼을 디클로로메탄 용액 (0.062 mmol/l)을 석영 셀에 넣음으로써 측정한 흡수 스펙트럼으로부터 뺄셈으로써 수득한 결과라는 점에 유의한다.

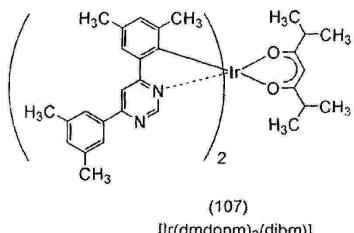
[0266] 도 10에 나타난 바와 같이, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 [Ir(dmdppr-P)₂(dibm)] (약칭)은 약 640 nm에서 방출 피크를 갖고, 디클로로메탄 용액으로부터 붉은 주황색 광 방출이 관찰되었다.

[0267] 또한, [Ir(dmdppr-P)₂(dibm)] (약칭)의 중량 손실률을 고 진공 시차형 시차 열 저울 (브루커 악스 주식회사 (Bruker AXS K.K.)에 의해 제조된 TG/DTA 2410SA)을 사용하여 측정하였다. 온도를 1×10^{-3} Pa의 진공도에서 10 °C/min의 속도로 상승시켰다. 그 결과, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 [Ir(dmdppr-P)₂(dibm)] (약칭)의 중량 손실률은 도 37에서 나타난 바와 같이 100 %인 것으로 밝혀졌고, 이는 상기 유기금속 착물의 유리한 승화 성질을 암시하였다. 비교 실시예로서, 메틸 기가 3번 위치 및 5번 위치에 결합되지 않은 화합물 A의 중량 손실률이 나타나 있다. 화합물 A의 중량 손실률인 78 %와 비교해 볼 때, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물은 3번 위치 및 5번 위치에서 메틸 기를 가짐으로써 개선된 승화 성질을 갖게 되었다는 것을 알게 되었다.

[0268] [실시예 2]

[0269] <<합성 실시예 2>>

[0270] 본 실시예에서는, 실시형태 1에서 구조식 (107)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 비스{2-[6-(3,5-디메틸페닐)-4-페리미디닐-κN3]-4,6-디메틸페닐-κC}(2,6-디메틸-3,5-헵탄디오나토-κ²O, O')이리듐(III) (약칭: [Ir(dmdppm)₂(dibm)])의 합성 방법이 기술된다. [Ir(dmdppm)₂(dibm)] (약칭)의 구조는 하기와 나타나 있다.



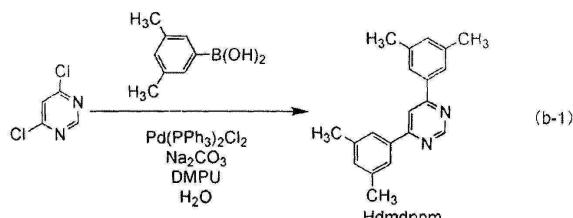
[0271] <수순 1: 4,6-비스(3,5-디메틸페닐)페리미딘 (약칭: Hdmdppm)의 합성>

[0272] 우선, 4,6-디클로로페리미딘 5.97 g, 3,5-디메틸페닐붕소산 12.04 g, 탄산나트륨 8.48 g, 비스(트리페닐포스핀)팔라듐(II) 디클로라이드 (Pd(PPh₃)₂Cl₂) 0.34 g, 물 20 mL, 및 1,3-디메틸-3,4,5,6-테트라하이드로-2(1H)페리미디논 (약칭: DMPU) 20 mL를, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이 반응 용기에 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 여기서, 또한 3,5-디메틸페닐붕소산 2.58 g, 탄산나트륨 1.78 g, Pd(PPh₃)₂Cl₂ 0.070 g, 물 5 mL, 및 DMPU 5 mL를 상기

플라스크에 넣고 다시 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다.

[0274]

이어서, 수득된 잔류물을 물로써 흡인-여과하고 물 및 에탄올로써 세척하였다. 수득된 고체를 디클로로메탄에 용해시키고, 셀라이트(Celite), 알루미나, 및 셀라이트가 이러한 순서대로 적층된 여과 보조제를 통해 여과하고, 이어서 에탄올로써 세척하여, 제조될 피리미딘 유도체인 Hdmdppm을 백색 분말로서 56 %의 수율로 수득하였다. 극초단파의 조사를 극초단파 합성 시스템 (CEM 코포레이션에 의해 제조된 디스커버)을 사용하여 수행했다는 점에 유의한다. 수순 1의 합성 방법이 (b-1)에 나타나 있다.

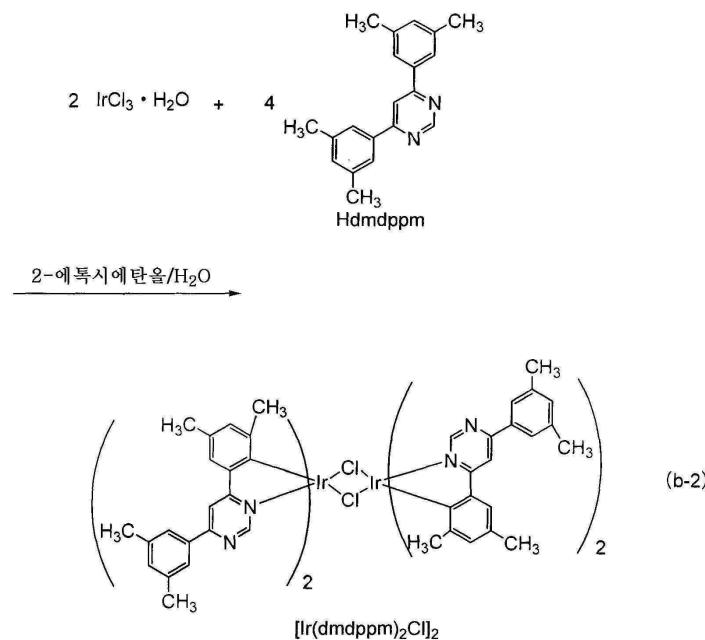


[0275]

<수순 2: 디- μ -클로로-테트라카스{2-[6-(3,5-디메틸페닐)-4-피리미디닐- κ N3]-4,6-디메틸페닐- κ C}디이리듐 (III) (약칭: [Ir(dmdppm)2Cl]2)의 합성>

[0277]

이어서, 2-에톡시에탄올 15 mL, 물 5 mL, 수순 1에서 수득된 Hdmdppm (약칭) 2.10 g, 및 염화이리듐 수화물 (IrCl3 · H2O) (시그마-알드리치 코포레이션에 의해 제조됨) 1.07 g을, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 1 시간 동안 조사함으로써 반응을 초래하였다. 용매를 증류 제거하고, 이어서 수득된 잔류물을 흡인-여과하고 에탄올로써 세척하여, 이핵 착물인 [Ir(dmdppm)2Cl]2 (약칭)를 적갈색 분말로서 74 %의 수율로 수득하였다. 수순 2의 합성 방법이 (b-2)에 나타나 있다.



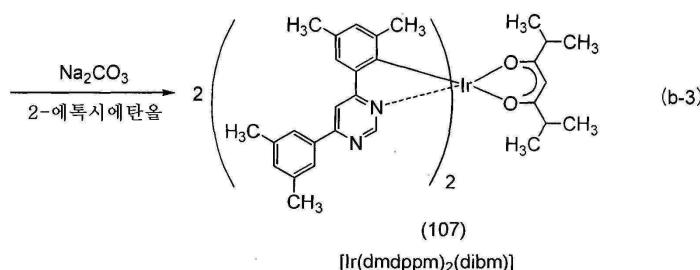
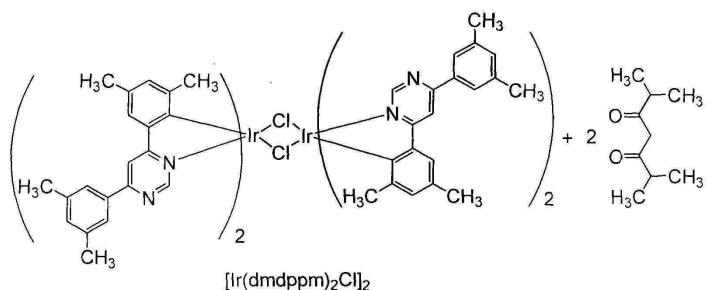
[0278]

<수순 3: 비스{2-[6-(3,5-디메틸페닐)-4-피리미디닐- κ N3]-4,6-디메틸페닐- κ C}(2,6-디메틸-3,5-헵탄디오나토- $\kappa^2 O, O'$)이리듐(III) (약칭: [Ir(dmdppm)2(dibm)])의 합성>

[0280]

또한, 2-에톡시에탄올 30 mL, 수순 2에서 수득된 이핵 착물인 [Ir(dmdppm)2Cl]2 (약칭) 1.09 g, 디이소부티릴메탄 (약칭: Hdibm) 0.32 g, 및 탄산나트륨 0.72 g을, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 120 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 용매를 증류 제거하고, 수득된 잔류물을 에탄올로써 흡인-여과하였다. 수득된 고체를 물 및 에탄올로써 세척하고 디클로로메탄과 에탄올의 혼합 용매를 사용하여 재결정화를 수행하여, 본 발명의 한 실시형태인 유기

금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppm})_2(\text{dibm})]$ (약칭)을 적색 분말로서 62 %의 수율로 수득하였다. 수순 3의 합성 방법이 (b-3)에 나타나 있다.



[0281]

[0282] 상기 합성 방법에 의해 수득된 적색 분말의 핵자기 공명 ($^1\text{H-NMR}$) 분광법에 의한 분석 결과가 하기에서 기술된다. 도 11은 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다. 이 결과를 통해, 구조식 (107)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppm})_2(\text{dibm})]$ (약칭)이 합성 실시에 2에서 수득되었음을 알게 되었다.

$^1\text{H-NMR}$. $\delta(\text{CDCl}_3)$: 0.69 (d, 6H), 0.82 (d, 6H), 1.51 (s, 6H), 2.17-2.23 (m, 2H),

2.31 (s, 6H), 2.45 (s, 12H), 5.19 (s, 1H), 6.61 (s, 2H), 7.17 (s, 2H), 7.56 (s, 2H), 7.82 (s,

4H), 8.11 (d, 2H), 8.88 (d, 2H).

[0283]

[0284] 이어서, $[\text{Ir}(\text{dmdppm})_2(\text{dibm})]$ (약칭)의 디클로로메탄 용액의 자외선-가시광선 흡수 스펙트럼 (하기에서는 간단히 "흡수 스펙트럼"이라고 지칭됨) 및 그의 방출 스펙트럼을 측정하였다. 흡수 스펙트럼의 측정을 실온에서 수행하였고, 이를 위해 자외선-가시광선 분광광도계 (재팬 스펙트로스코피 코포레이션에 의해 제조된 V550 유형)를 사용하고 디클로로메탄 용액 (0.072 mmol/l)을 석영 셀에 넣었다. 또한, 방출 스펙트럼의 측정을 실온에서 수행하였고, 이를 위해 형광 분광광도계 (하마마쓰 포토닉스 주식회사에 의해 제조된 FS920)를 사용하고 탈기된 디클로로메탄 용액 (0.072 mmol/l)을 석영 셀에 넣었다. 수득된 흡수 및 방출 스펙트럼의 측정 결과는 도 12에 나타나 있고, 여기서 가로축은 파장을 나타내고 세로축은 흡수 세기 및 방출 세기를 나타낸다. 두 개의 실선이 존재하는 도 12에서, 얇은 선은 흡수 스펙트럼을 나타내고 두꺼운 선은 방출 스펙트럼을 나타낸다. 도 12에서 흡수 스펙트럼은, 디클로로메탄만을 석영 셀에 넣음으로써 측정한 흡수 스펙트럼을 디클로로메탄 용액 (0.072 mmol/l)을 석영 셀에 넣음으로써 측정한 흡수 스펙트럼으로부터 뺄 것으로써 수득한 결과라는 점에 유의한다.

[0285]

도 12에 나타난 바와 같이, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppm})_2(\text{dibm})]$ (약칭)은 약 609 nm에서 방출 피크를 갖고, 디클로로메탄 용액으로부터 붉은 주황색 광 방출이 관찰되었다.

[0286]

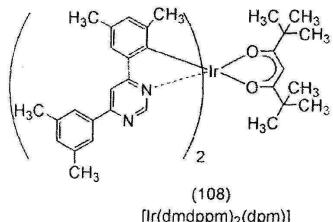
[실시예 3]

[0287]

<<합성 실시예 3>>

[0288]

본 실시예에서는, 실시형태 1에서 구조식 (108)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 비스{2-[6-(3,5-디메틸페닐)-4-페리미디닐-κN]-4,6-디메틸페닐-κC}(2,2',6,6'-테트라메틸-3,5-헵탄디오나토-κ²O,O')이리듐(III) (약칭: $[\text{Ir}(\text{dmdppm})_2(\text{dpm})]$)의 합성 방법이 기술된다. $[\text{Ir}(\text{dmdppm})_2(\text{dpm})]$ (약칭)의 구조는 하기에 나타나 있다.



[0289]

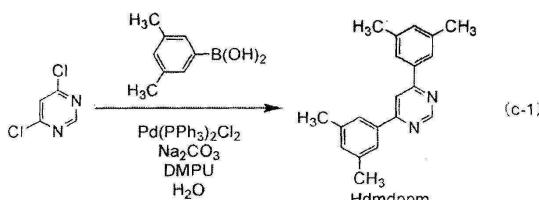
<수순 1: 4,6-비스(3,5-디메틸페닐)피리미딘 (약칭: Hdmdppm)의 합성>

[0291]

우선, 4,6-디클로로피리미딘 5.97 g, 3,5-디메틸페닐붕소산 12.04 g, 탄산나트륨 8.48 g, 비스(트리페닐포스핀)팔라듐(II) 디클로라이드 ($\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$) 0.34 g, 물 20 mL, 및 1,3-디메틸-3,4,5,6-테트라하이드로-2(1H)피리미디논 (약칭: DMPU) 20 mL를, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이 반응 용기에 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 여기서, 또한 3,5-디메틸페닐붕소산 2.58 g, 탄산나트륨 1.78 g, $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$ 0.070 g, 물 5 mL, 및 DMPU 5 mL를 상기 플라스크에 넣고 다시 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다.

[0292]

이어서, 수득된 잔류물을 물로 써 흡인-여과하고 물 및 에탄올로 써 세척하였다. 수득된 고체를 디클로로메탄에 용해시키고, 셀라이트, 알루미나, 및 셀라이트가 이러한 순서대로 적층된 여과 보조제를 통해 여과하고, 이어서 에탄올로 써 세척하여, 제조될 피리미딘 유도체인 Hdmdppm (약칭)을 백색 분말로서 56 %의 수율로 수득하였다. 극초단파의 조사를 극초단파 합성 시스템 (CEM 코포레이션에 의해 제조된 디스커버)을 사용하여 수행했다는 점에 유의한다. 수순 1의 합성 방법이 (c-1)에 나타나 있다.

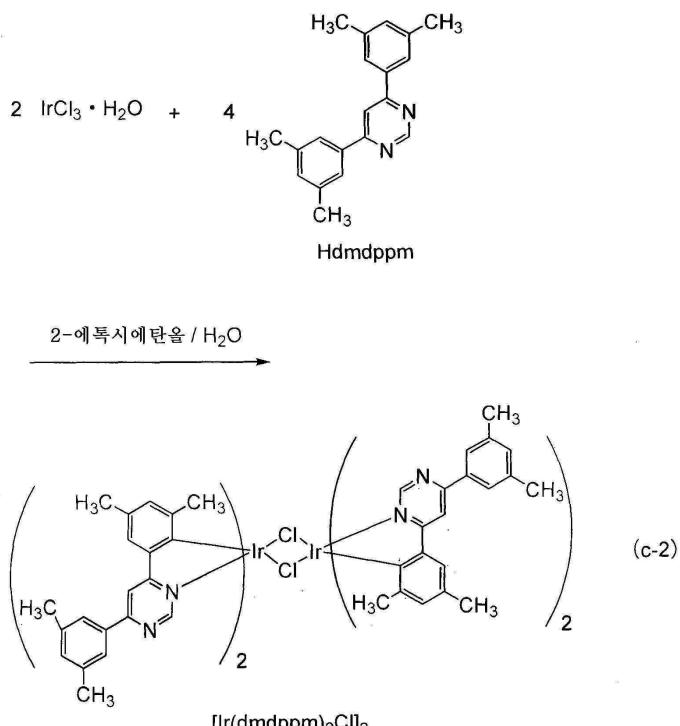


[0293]

<수순 2: 디- μ -클로로-테트라카이스{2-[6-(3,5-디메틸페닐)-4-피리미디닐- κ N3]-4,6-디메틸페닐- κ C}디이리듐(III) (약칭: [Ir(dmdppm)₂Cl]₂)의 합성>

[0295]

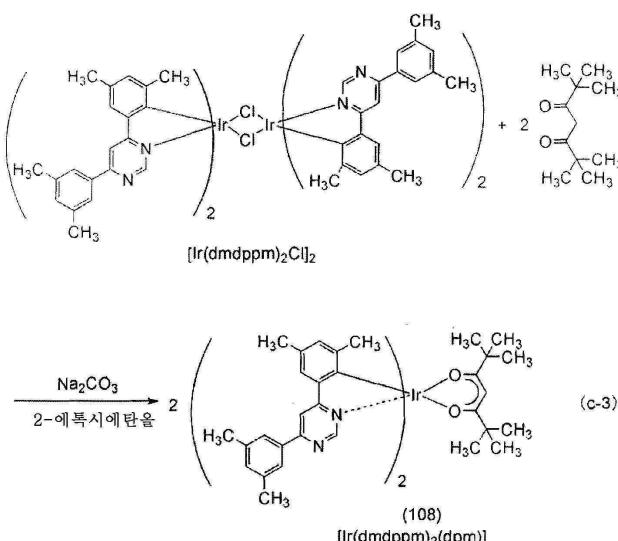
이어서, 2-에톡시에탄을 15 mL, 물 5 mL, 수순 1에서 수득된 Hdmdppm (약칭) 2.10 g, 및 염화이리듐 수화물 ($\text{IrCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) (시그마-알드리치 코포레이션에 의해 제조됨) 1.07 g을, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 1 시간 동안 조사함으로 써 반응을 초래하였다. 용매를 중류 제거하고, 이어서 수득된 잔류물을 흡인-여과하고 에탄올로 써 세척하여, 이핵 촉물인 [Ir(dmdppm)₂Cl]₂ (약칭)를 적갈색 분말로서 74 %의 수율로 수득하였다. 수순 2의 합성 방법이 (c-2)에 나타나 있다.



[0296]

[0297] <수순 3: 비스{2-[6-(3,5-디메틸페닐)-4-피리미디닐-κN]-4,6-디메틸페닐-κC}(2,2',6,6'-테트라메틸-3,5-헵탄디오나토-κ²O,O')이리듐(III) (약칭: [Ir(dmppm)₂(dpm)])의 합성>

[0298] 또한, 2-에톡시에탄올 30 mL, 수순 2에서 수득된 이핵 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmppm})_2\text{Cl}]_2$ 1.08 g, 디피발로일메탄 (약칭: Hdpm) 0.37 g, 및 탄산나트륨 0.71 g을, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 120 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 용매를 증류 제거하고, 수득된 잔류물을 에탄올로써 흡인-여과하였다. 수득된 고체를 물 및 에탄올로써 세척하였다. 수득된 고체를 디클로로메탄에 용해시키고 셀라이트, 알루미나, 및 셀라이트가 이러한 순서대로 적층된 여과 보조제를 통해 여과하였다. 이어서 디클로로메탄과 에탄올의 혼합 용매를 사용하여 재결정화를 수행하여, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmppm})_2(\text{dpm})]$ (약칭)을 적색 분말로서 21 %의 수율로 수득하였다. 수순 3의 합성 방법이 (c-3)에 나타나 있다.



[0299]

[0300] 상기 합성 방법에 의해 수득된 적색 분말의 핵자기 공명 ($^1\text{H-NMR}$) 분광법에 의한 분석 결과가 하기에서 기술된다. 도 13은 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다. 이 결과를 통해, 구조식 (108)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실

시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppm})_2(\text{dpm})]$ (약칭)이 합성 실시예 3에서 수득되었음을 알게 되었다.

$^1\text{H-NMR}$. $\delta(\text{CDCl}_3)$: 0.84 (s, 18H), 1.51 (s, 6H), 2.31 (s, 6H), 2.45 (s, 12H), 5.52 (s, 1H), 6.60 (s, 2H), 7.17 (s, 2H), 7.55 (s, 2H), 7.81 (s, 4H), 8.10 (s, 2H), 8.84 (d, 2H).

[0301]

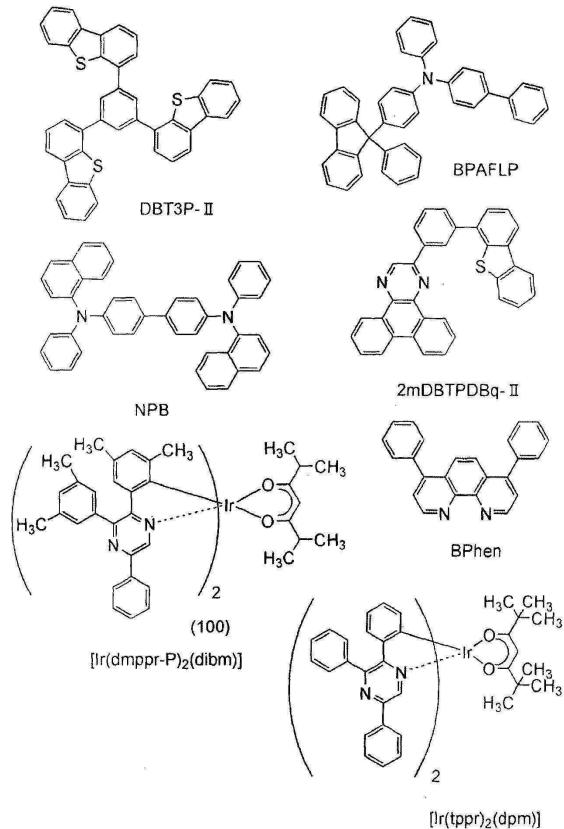
[0302] 이어서, $[\text{Ir}(\text{dmdppm})_2(\text{dpm})]$ (약칭)의 디클로로메탄 용액의 자외선-가시광선 흡수 스펙트럼 (하기에서는 간단히 "흡수 스펙트럼"이라고 지칭됨) 및 그의 방출 스펙트럼을 측정하였다. 흡수 스펙트럼의 측정을 실온에서 수행하였고, 이를 위해 자외선-가시광선 분광광도계 (재팬 스펙트로스코피 코포레이션에 의해 제조된 V550 유형)를 사용하고 디클로로메탄 용액 (0.070 mmol/l)을 석영 셀에 넣었다. 또한, 방출 스펙트럼의 측정을 실온에서 수행하였고, 이를 위해 형광 분광광도계 (하마마쓰 포토닉스 주식회사에 의해 제조된 FS920)를 사용하고 탈기된 디클로로메탄 용액 (0.070 mmol/l)을 석영 셀에 넣었다. 수득된 흡수 및 방출 스펙트럼의 측정 결과는 도 14에 나타나 있고, 여기서 가로축은 파장을 나타내고 세로축은 흡수 세기 및 방출 세기를 나타낸다. 두 개의 실선이 존재하는 도 14에서, 얇은 선은 흡수 스펙트럼을 나타내고 두꺼운 선은 방출 스펙트럼을 나타낸다. 도 14에서 흡수 스펙트럼은, 디클로로메탄만을 석영 셀에 넣음으로써 측정한 흡수 스펙트럼으로부터 뺄으로써 수득한 결과라는 점에 유의한다.

[0303] 도 14에 나타난 바와 같이, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppm})_2(\text{dpm})]$ (약칭)은 약 615 nm에서 방출 피크를 갖고, 디클로로메탄 용액으로부터 붉은 주황색 광 방출이 관찰되었다.

[0304]

[실시예 4]

[0305] 본 실시예에서는, 구조식 (100)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmppr-P})_2(\text{dibm})]$ (약칭)이 발광층에 사용된 발광 소자 1이 도 15를 참조하여 기술된다. 본 실시예에서 사용되는 물질의 화학식은 하기에 나타나 있다.



[0306]

<<발광 소자 1의 제조>>

- [0308] 우선, 산화실리콘을 함유하는 인듐 주석 산화물 (ITSO)을 스퍼터링 방법을 통해 유리 기판 (1100) 위에 증착시켜 양극으로서 기능하는 제1 전극 (1101)을 형성하였다. 두께는 110 nm였고 전극 면적은 $2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ 였다.
- [0309] 이어서, 발광 소자를 기판 (1100) 위에 형성하기 위한 전처리로서, 기판의 표면을 물로써 세척하고 200 °C에서 1 시간 동안 소성시킨 후에 UV 오존 처리를 370 초 동안 수행하였다.
- [0310] 이어서, 기판을 압력이 약 10^{-4} Pa까지 감소된 진공 증발 장치로 옮기고, 진공 증발 장치의 가열실에서 170 °C에서 30 분 동안 진공 소성시키고, 이어서 상기 기판 (1100)을 약 30 분 동안 냉각시켰다.
- [0311] 이어서, 제1 전극 (1101)이 형성되어 있는 기판 (1100)의 표면이 아래쪽이 되도록 기판 (1100)을 진공 증발 장치 내에 제공된 홀더에 고정하였다. 본 실시예에서는, EL 층 (1102) 내에 포함된, 정공-주입층 (1111), 정공-수송층 (1112), 발광층 (1113), 전자-수송층 (1114), 및 전자-주입층 (1115)을 순차적으로 진공 증발 방법을 통해 형성하는 경우가 기술될 것이다.
- [0312] 진공 증발 장치의 압력을 10^{-4} Pa로 감소시킨 후, 1,3,5-트리(디벤조티오펜-4-일)벤젠 (약칭: DBT3P-II)과 산화몰리브덴(VI)을 DBT3P-II (약칭) 대 산화몰리브덴의 질량비가 4:2가 되도록 공-증발시킴으로써 정공-주입층 (1111)을 제1 전극 (1101) 위에 형성하였다. 정공-주입층 (1111)의 두께는 40 nm였다. 공-증발은 몇몇 상이한 물질들을 몇몇 상이한 증발원으로부터 동시에 증발시키는 증발 방법이라는 점에 유의한다.
- [0313] 이어서, 4-페닐-4'-(9-페닐플루오렌-9-일)트리페닐아민 (약칭: BPAFLP)을 20 nm의 두께로 증발시킴으로써 증착시켜 정공-수송층 (1112)을 형성하였다.
- [0314] 이어서, 발광층 (1113)을 하기 방식으로 정공-수송층 (1112) 위에 형성하였다: 2-[3-(디벤조티오펜-4-일)페닐]디벤조[*f,h*]퀴녹살린 (약칭: 2mDBTPDBq-II), 4,4'-비스[*N*-(1-나프틸)-*N*-페닐아미노]비페닐 (약칭: NPB), 및 비스{4,6-디메틸-2-[3-(3,5-디메틸페닐)-5-페닐-2-페리자닐- κ *N*]페닐- κ *C*} (2,6-디메틸-3,5-헵坦디오나토- κ ² *O*, *O*')이리듐(III) (약칭: [Ir(dmdppr-P)₂(dibm)])을, 2mDBTPDBq-II (약칭) 대 NPB (약칭) 대 [Ir(dmdppr-P)₂(dibm)] (약칭)의 질량비가 0.8:0.2:0.05가 되도록 공-증발시켰다. 발광층 (1113)의 두께는 40 nm였다.
- [0315] 이어서, 발광층 (1113) 위에, 2mDBTPDBq-II (약칭)을 10 nm의 두께로 증발시킴으로써 증착시키고, 이어서 바토페난트롤린 (약칭: BPhen)을 20 nm의 두께로 증발시킴으로써 증착시켜, 적층된 구조를 갖는 전자-수송층 (1114)을 형성하였다. 또한, 플루오르화 리튬을 전자-수송층 (1114) 위에 1 nm의 두께로 증발시킴으로써 증착시켜, 전자-주입층 (1115)을 형성하였다.
- [0316] 마지막으로, 알루미늄을 전자-주입층 (1115) 위에 200 nm의 두께로 증발시킴으로써 증착시켜 음극으로서 작용하는 제2 전극 (1103)을 형성하여 발광 소자 1을 수득하였다. 상기 모든 증발 수순에서, 증발을 저항-가열 방법을 사용하여 수행했다는 점에 유의한다.
- [0317] 상기에서 기술된 바와 같이 수득된 발광 소자 1의 소자 구조가 표 1에 나타나 있다.

표 1

	제1 전극	정공-주입층	정공-수송층	발광층	전자-수송층	전자-주입층	제2 전극	
발광 소자 1	ITSO (110 nm)	DBT3P-II:MoO _x (4:2'40 nm)	BPAFLP (20 nm)	*	**	BPhen (20 nm)	LiF (1 nm)	Al (200 nm)

- [0319] * 2mDBTPDBq-II:NPB:[Ir(dmdppr-P)₂(dibm)] (0.8:0.2:0.05 40 nm)
- [0320] ** 2mDBTPDBq-II (10 nm)
- [0321] 또한, 제조된 발광 소자 1을 공기에 노출되지 않도록 질소 분위기의 글로브 박스 내에서 밀봉하였다 (구체적으로는, 실런트를 소자의 외부 가장자리에 적용하고 밀봉 시에 80 °C에서 1 시간 동안 열처리를 수행하였음).
- [0322] <<발광 소자 1의 동작 특성>>
- [0323] 제조된 발광 소자 1의 동작 특성을 측정하였다. 측정을 실온에서 (온도가 25 °C로 유지된 분위기에서) 수행했다는 점에 유의한다.

[0324] 도 16은 발광 소자 1의 전류 밀도-휘도 특성을 나타낸다. 도 16에서, 세로축은 휘도 (cd/m^2)를 나타내고 가로축은 전류 밀도 (mA/cm^2)를 나타낸다. 도 17은 발광 소자 1의 전압-휘도 특성을 나타낸다. 도 17에서, 세로축은 휘도 (cd/m^2)를 나타내고 가로축은 전압 (V)을 나타낸다. 또한, 도 18은 발광 소자 1의 휘도-전류 효율 특성을 나타낸다. 도 18에서, 세로축은 전류 효율 (cd/A)를 나타내고 가로축은 휘도 (cd/m^2)를 나타낸다. 도 19는 발광 소자 1의 전압-전류 특성을 나타낸다. 도 19에서, 세로축은 전류 (mA)를 나타내고 가로축은 전압 (V)을 나타낸다.

[0325] 도 18은 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[Ir(dmdppr-P)_2(dibm)]$ (약칭)이 발광층의 일부로서 사용된 발광 소자 1의 높은 효율을 보여준다. 표 2에는 약 $1000 cd/m^2$ 의 휘도에서 발광 소자 1의 주요 특성의 최초 값이 나타나 있다.

표 2

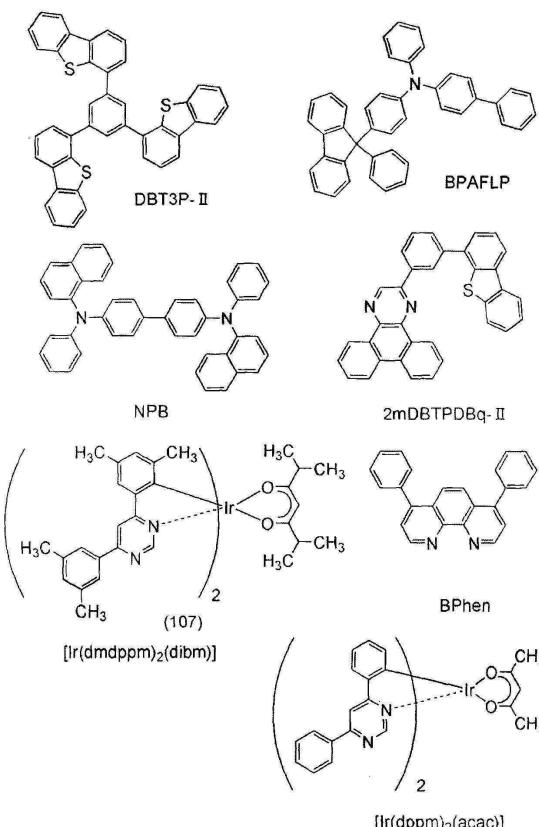
	전압 (V)	전류 (mA)	전류 밀도 (mA/cm^2)	색도 (x,y)	휘도 (cd/m^2)	전류 효율 (cd/A)	전력 효율 (lm/W)	양자 효율 (%)
발광 소자 1	3.3	0.22	5.6	(0.69, 0.31)	920	16.0	16.0	26.0

[0327] 상기 결과를 통해, 본 실시예에서 제조된 발광 소자 1은 높은 전류 효율을 갖는 높은 휘도의 발광 소자라는 것을 알 수 있다. 더욱이, 색 순도에 관해서는, 발광 소자는 탁월한 색 순도를 갖는 적색 광을 방출한다는 것을 알 수 있다. 도 20에는 전류를 $2.5 mA/cm^2$ 의 전류 밀도로 발광 소자 1에 공급했을 때의 방출 스펙트럼이 나타나 있다. 도 20에 나타난 바와 같이, 발광 소자 1의 방출 스펙트럼은 약 $640 nm$ 에서 피크를 갖고 이는 상기 피크가 유기금속 착물 $[Ir(dmdppr-P)_2(dibm)]$ (약칭)의 방출로부터 유래된다는 것을 암시한다. 도 20에는 또한 비교 실시예로서 비교용 발광 소자 1의 방출 스펙트럼이 나타나 있다는 점에 유의한다. 비교용 발광 소자 1은 발광 소자 1에서 사용된 유기금속 착물 $[Ir(dmdppr-P)_2(dibm)]$ (약칭) 대신에 유기금속 착물 $[Ir(tppr)_2(dpm)]$ (약칭)을 사용하여 제조된 것이었다. 따라서, 발광 소자 1의 방출 스펙트럼의 반폭은 비교용 발광 소자 1의 방출 스펙트럼에서보다 더 작다는 것이 관찰되었다. 이는 이리듐에 결합된 페닐 기의 2번 위치 및 4번 위치에 메틸기가 결합된 유기금속 착물 $[Ir(dmdppr-P)_2(dibm)]$ (약칭)의 구조에 의해 초래된 효과인 것으로 추정할 수 있다. 따라서, 발광 소자 1은 높은 방출 효율을 갖고 높은 색 순도를 달성한다고 말할 수 있다. 발광 소자 1은 신뢰성 시험에 적용하였다. 신뢰성 시험의 결과가 도 21 및 도 22에 나타나 있다. 도 21에서, 세로축은 최초 휘도를 100 %로 했을 때의 표준화 휘도 (%)를 나타내며 가로축은 소자의 구동 시간 (h)을 나타낸다. 한 신뢰성 시험에서, 발광 소자 1은 최초 휘도가 $5000 cd/m^2$ 로 설정되고 전류 밀도가 일정한 조건에서 구동되었다는 점에 유의한다. 발광 소자 1은 100 시간이 경과한 후에 최초 휘도의 약 68 %를 유지하였다. 또한, 도 22에서, 세로축은 최초 휘도를 100 %로 했을 때의 표준화 휘도 (%)를 나타내며 가로축은 소자의 구동 시간 (h)을 나타낸다. 다른 신뢰성 시험에서, 발광 소자 1은 $0.3 mA$ 의 전류 값에서 구동되었다는 점에 유의한다. 발광 소자 1은 100 시간이 경과한 후에 최초 휘도의 약 90 %를 유지하였다.

[0328] 따라서, 상이한 조건에서 수행된 두 가지 신뢰성 시험을 통해, 발광 소자 1은 신뢰성이 높다는 것을 알 수 있다. 또한, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물을 사용함으로써, 긴 수명을 갖는 발광 소자를 수득할 수 있다는 것을 확인하였다.

[0329] [실시예 5]

[0330] 본 실시예에서는, 구조식 (107)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[Ir(dmdppm)_2(dibm)]$ (약칭)이 발광층에 사용된 발광 소자 2가 기술된다. 본 실시예에서 발광 소자 2에 대한 설명에서는, 실시예 4에서 발광 소자 1에 대한 설명에서 사용된 도 15가 참조된다는 점에 유의한다. 본 실시예에서 사용된 재료의 화학식은 하기에 나타나 있다.



[0331]

[0332] <<발광 소자 2의 제조>>

[0333]

우선, 산화실리콘을 함유하는 인듐 주석 산화물 (ITSO)을 스퍼터링 방법을 통해 유리 기판 (1100) 위에 증착시켜 양극으로서 기능하는 제1 전극 (1101)을 형성하였다. 두께는 110 nm였고 전극 면적은 2 mm × 2 mm였다.

[0334]

이어서, 발광 소자를 기판 (1100) 위에 형성하기 위한 전처리로서, 기판의 표면을 물로 씻 세척하고 200 °C에서 1 시간 동안 소성시킨 후에 UV 오존 처리를 370 초 동안 수행하였다.

[0335]

이어서, 기판을 압력이 약 10^{-4} Pa까지 감소된 진공 증발 장치로 옮기고, 진공 증발 장치의 가열실에서 170 °C에서 30 분 동안 진공 소성시키고, 이어서 상기 기판 (1100)을 약 30 분 동안 냉각시켰다.

[0336]

이어서, 제1 전극 (1101)이 형성되어 있는 기판 (1100)의 표면이 아래쪽이 되도록 기판 (1100)을 진공 증발 장치 내에 제공된 홀더에 고정하였다. 본 실시예에서는, EL 층 (1102) 내에 포함된, 정공-주입층 (1111), 정공-수송층 (1112), 발광층 (1113), 전자-수송층 (1114), 및 전자-주입층 (1115)을 순차적으로 진공 증발 방법을 통해 형성하는 경우가 기술될 것이다.

[0337]

진공 증발 장치의 압력을 10^{-4} Pa로 감소시킨 후, 1,3,5-트리(디벤조티오펜-4-일)벤젠 (약칭: DBT3P-II)과 산화몰리브덴(VI)을 DBT3P-II (약칭) 대 산화몰리브덴의 질량비가 4:2가 되도록 공-증발시킴으로써 정공-주입층 (1111)을 제1 전극 (1101) 위에 형성하였다. 정공-주입층 (1111)의 두께는 40 nm였다. 공-증발은 몇몇 상이한 물질들을 몇몇 상이한 증발원으로부터 동시에 증발시키는 증발 방법이라는 점에 유의한다.

[0338]

이어서, 4-페닐-4'-(9-페닐플루오렌-9-일)트리페닐아민 (약칭: BPAFLP)을 20 nm의 두께로 증발시킴으로써 증착시켜 정공-수송층 (1112)을 형성하였다.

[0339]

이어서, 발광층 (1113)을 하기 방식으로 정공-수송층 (1112) 위에 형성하였다: 2-[3-(디벤조티오펜-4-일)페닐]디벤조[*f,h*]퀴녹살린 (약칭: 2mDBTPDBq-II), 4,4'-비스[*N*-(1-나프틸)-*N'*-페닐아미노]비페닐 (약칭: NPB), 및 비스{2-[6-(3,5-디메틸페닐)-4-페리미디닐-κ*N*3]-4,6-디메틸페닐-κ*C*(2,6-디메틸-3,5-헵탄디오나토-κ²*O*, *O'*)이리듐(III) (약칭: [Ir(dmdppm)₂(dibm)])을, 2mDBTPDBq-II (약칭) 대 NPB (약칭) 대 [Ir(dmdppm)₂(dibm)] (약칭)의 질량비가 0.8:0.2:0.05가 되도록 공-증발시켰다. 발광층 (1113)의 두께는 40 nm였다.

[0340] 이어서, 발광층 (1113) 위에, 2mDBTPDBq-II (약칭)을 10 nm의 두께로 증발시킴으로써 증착시키고, 이어서 바토페난트롤린 (약칭: BPhen)을 20 nm의 두께로 증발시킴으로써 증착시켜, 격충된 구조를 갖는 전자-수송층 (1114)을 형성하였다. 또한, 플루오르화 리튬을 전자-수송층 (1114) 위에 1 nm의 두께로 증발시킴으로써 증착시켜, 전자-주입층 (1115)을 형성하였다.

[0341] 마지막으로, 알루미늄을 전자-주입층 (1115) 위에 200 nm의 두께로 증발시킴으로써 증착시켜 음극으로서 작용하는 제2 전극 (1103)을 형성하여 발광 소자 2를 수득하였다. 상기 모든 증발 수순에서, 증발을 저항-가열 방법을 사용하여 수행했다는 점에 유의한다.

[0342] 상기에서 기술된 바와 같이 수득된 발광 소자 2의 소자 구조가 표 3에 나타나 있다.

표 3

	제1 전극	정공-주입층	정공-수송층	발광층	전자-수송층	전자-주입층	제2 전극	
발광 소자 2	ITSO (110 nm)	DBT3P-II:MoO _x (4:2 40 nm)	BPAFLP (20 nm)	*	**	BPhen (20 nm)	LiF (1 nm)	Al (200 nm)

[0344] * 2mDBTPDBq-II:NPB:[Ir(dmdppm)₂(dibm)] (0.8:0.2:0.05 40 nm)

[0345] ** 2mDBTPDBq-II (10 nm)

[0346] 또한, 제조된 발광 소자 2를 공기에 노출되지 않도록 질소 분위기의 글로브 박스 내에서 밀봉하였다 (구체적으로는, 실런트를 소자의 외부 가장자리에 적용하고 밀봉 시에 80 °C에서 1 시간 동안 열처리를 수행하였음).

[0347] <<발광 소자 2의 동작 특성>>

[0348] 제조된 발광 소자 2의 동작 특성을 측정하였다. 측정을 실온에서 (온도가 25 °C로 유지된 분위기에서) 수행했다는 점에 유의한다.

[0349] 도 23은 발광 소자 2의 전류 밀도-휘도 특성을 나타낸다. 도 23에서, 세로축은 휘도 (cd/m²)를 나타내고 가로축은 전류 밀도 (mA/cm²)를 나타낸다. 도 24는 발광 소자 2의 전압-휘도 특성을 나타낸다. 도 24에서, 세로축은 휘도 (cd/m²)를 나타내고 가로축은 전압 (V)을 나타낸다. 또한, 도 25는 발광 소자 2의 휘도-전류 효율 특성을 나타낸다. 도 25에서, 세로축은 전류 효율 (cd/A)를 나타내고 가로축은 휘도 (cd/m²)를 나타낸다. 도 26은 발광 소자 2의 전압-전류 특성을 나타낸다. 도 26에서, 세로축은 전류 (mA)를 나타내고 가로축은 전압 (V)을 나타낸다.

[0350] 도 25는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 [Ir(dmdppm)₂(dibm)] (약칭)이 발광층의 일부로서 사용된 발광 소자 2의 높은 효율을 보여준다. 표 4에는 약 1000 cd/m²의 휘도에서 발광 소자 2의 주요 특성의 최초 값이 나타나 있다.

표 4

	전압 (V)	전류 (mA)	전류 밀도 (mA/cm ²)	색도 (x, y)	휘도 (cd/m ²)	전류 효율 (cd/A)	전력 효율 (lm/W)	양자 효율 (%)
발광 소자 2	2.9	0.062	1.6	(0.62, 0.38)	870	56	60	31

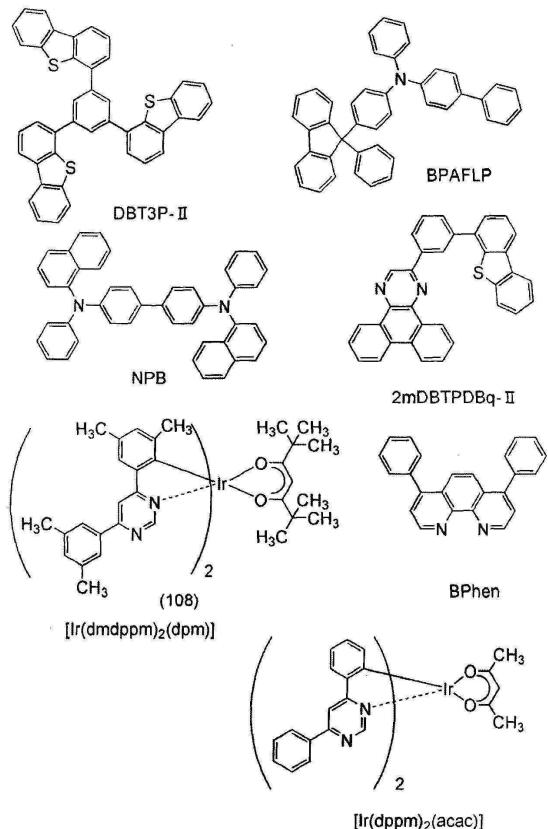
[0352] 상기 결과를 통해, 본 실시예에서 제조된 발광 소자 2는 높은 전류 효율을 갖는 높은 휘도의 발광 소자라는 것을 알 수 있다. 더욱이, 색 순도에 관해서는, 발광 소자는 탁월한 색 순도를 갖는 붉은 주황색 광을 방출한다는 것을 알 수 있다. 도 27에는 전류를 2.5 mA/cm²의 전류 밀도로 발광 소자 2에 공급했을 때의 방출 스펙트럼이 나타나 있다. 도 27에 나타난 바와 같이, 발광 소자 2의 방출 스펙트럼은 약 610 nm에서 피크를 갖고 이는 상기 피크가 유기금속 착물 [Ir(dmdppm)₂(dibm)] (약칭)의 방출로부터 유래된다는 것을 암시한다. 도 27에는 또한 비교 실시예로서 비교용 발광 소자 2의 방출 스펙트럼이 나타나 있다는 점에 유의한다. 비교용 발광 소자 2는 발광 소자 2에서 사용된 유기금속 착물 [Ir(dmdppm)₂(dibm)] (약칭) 대신에 유기금속 착물

[Ir(dppm)₂(acac)] (약칭)를 사용하여 제조된 것이었다. 따라서, 발광 소자 2의 방출 스펙트럼의 반폭은 비교용 발광 소자 2의 방출 스펙트럼에서보다 더 작다는 것이 관찰되었다. 이는 이리듐에 결합된 폐닐 기의 2번 위치 및 4번 위치에 메틸 기가 결합된 유기금속 착물 [Ir(dmdppm)₂(dibm)] (약칭)의 구조에 의해 초래된 효과인 것으로 추정할 수 있다. 따라서, 발광 소자 2는 높은 방출 효율을 갖고 높은 색 순도를 달성한다고 말할 수 있다. 발광 소자 2를 신뢰성 시험에 적용하였다. 신뢰성 시험의 결과가 도 28 및 도 29에 나타나 있다. 도 28에서, 세로축은 최초 휘도를 100 %로 했을 때의 표준화 휘도 (%)를 나타내며 가로축은 소자의 구동 시간 (h)을 나타낸다. 한 신뢰성 시험에서, 발광 소자 2는 최초 휘도가 5000 cd/m²로 설정되고 전류 밀도가 일정한 조건에서 구동되었다는 점에 유의한다. 발광 소자 2는 100 시간이 경과한 후에 최초 휘도의 약 86 %를 유지하였다. 또한, 도 29에서, 세로축은 최초 휘도를 100 %로 했을 때의 표준화 휘도 (%)를 나타내며 가로축은 소자의 구동 시간 (h)을 나타낸다. 다른 신뢰성 시험에서, 발광 소자 2는 0.3 mA의 전류 값에서 구동되었다는 점에 유의한다. 발광 소자 2는 100 시간이 경과한 후에 최초 휘도의 약 90 %를 유지하였다.

[0353] 따라서, 상이한 조건에서 수행된 두 가지 신뢰성 시험을 통해, 발광 소자 2는 신뢰성이 높다는 것을 알 수 있다. 또한, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물을 사용함으로써, 긴 수명을 갖는 발광 소자를 수득할 수 있다는 것을 확인하였다.

[0354] [실시예 6]

[0355] 본 실시예에서는, 구조식 (108)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 [Ir(dmdppm)₂(dpm)] (약칭)이 발광층에 사용된 발광 소자 3이 기술된다. 본 실시예에서 발광 소자 3에 대한 설명에서는, 실시예 4에서 발광 소자 1에 대한 설명에서 사용된 도 15가 참조된다는 점에 유의한다. 본 실시예에서 사용된 재료의 화학식은 하기에 나타나 있다.



[0356]

[0357] <<발광 소자 3의 제조>>

[0358] 우선, 산화실리콘을 함유하는 인듐 주석 산화물 (ITSO)을 스퍼터링 방법을 통해 유리 기판 (1100) 위에 증착시켜 양극으로서 기능하는 제1 전극 (1101)을 형성하였다. 두께는 110 nm였고 전극 면적은 2 mm × 2 mm였다.

[0359] 이어서, 발광 소자를 기판 (1100) 위에 형성하기 위한 전처리로서, 기판의 표면을 물로써 세척하고 200 °C에서

1 시간 동안 소성시킨 후에 UV 오존 처리를 370 초 동안 수행하였다.

[0360] 이어서, 기판을 압력이 약 10^{-4} Pa까지 감소된 진공 증발 장치로 옮기고, 진공 증발 장치의 가열실에서 170 °C에서 30 분 동안 진공 소성시키고, 이어서 상기 기판 (1100)을 약 30 분 동안 냉각시켰다.

[0361] 이어서, 제1 전극 (1101)이 형성되어 있는 기판 (1100)의 표면이 아래쪽이 되도록 기판 (1100)을 진공 증발 장치 내에 제공된 홀더에 고정하였다. 본 실시예에서는, EL 층 (1102) 내에 포함된, 정공-주입층 (1111), 정공-수송층 (1112), 발광층 (1113), 전자-수송층 (1114), 및 전자-주입층 (1115)을 순차적으로 진공 증발 방법을 통해 형성하는 경우가 기술될 것이다.

[0362] 진공 증발 장치의 압력을 10^{-4} Pa로 감소시킨 후, 1,3,5-트리(디벤조티오펜-4-일)벤젠 (약칭: DBT3P-II)과 산화 몰리브덴(VI)을 DBT3P-II (약칭) 대 산화몰리브덴의 질량비가 4:2가 되도록 공-증발시킴으로써 정공-주입층 (1111)을 제1 전극 (1101) 위에 형성하였다. 정공-주입층 (1111)의 두께는 40 nm였다. 공-증발은 몇몇 상이한 물질들을 몇몇 상이한 증발원으로부터 동시에 증발시키는 증발 방법이라는 점에 유의한다.

[0363] 이어서, 4-페닐-4'-(9-페닐플루오렌-9-일)트리페닐아민 (약칭: BPAFLP)을 20 nm의 두께로 증발시킴으로써 증착시켜 정공-수송층 (1112)을 형성하였다.

[0364] 이어서, 발광층 (1113)을 하기 방식으로 정공-수송층 (1112) 위에 형성하였다: 2-[3-(디벤조티오펜-4-일)페닐]디벤조[*f,h*]퀴녹살린 (약칭: 2mDBTPDBq-II), 4,4'-비스[*N*-(1-나프틸)-*N*-페닐아미노]비페닐 (약칭: NPB), 및 비스{2-[6-(3,5-디메틸페닐)-4-페리미디닐-κ*N*]-4,6-디메틸페닐-κ*C*}(2,2',6,6'-테트라메틸-3,5-헵탄디오나토-κ²0,0')아리듐(III) (약칭: [Ir(dmdppm)₂(dpm)])을, 2mDBTPDBq-II (약칭) 대 NPB (약칭) 대 [Ir(dmdppm)₂(dpm)] (약칭)의 질량비가 0.8:0.2:0.025가 되도록 공-증발시켰다. 발광층 (1113)의 두께는 40 nm였다.

[0365] 이어서, 발광층 (1113) 위에, 2mDBTPDBq-II (약칭)을 10 nm의 두께로 증발시킴으로써 증착시키고, 이어서 바토페난트롤린 (약칭: BPhen)을 20 nm의 두께로 증발시킴으로써 증착시켜, 적층된 구조를 갖는 전자-수송층 (1114)을 형성하였다. 또한, 플루오르화 리튬을 전자-수송층 (1114) 위에 1 nm의 두께로 증발시킴으로써 증착시켜, 전자-주입층 (1115)을 형성하였다.

[0366] 마지막으로, 알루미늄을 전자-주입층 (1115) 위에 200 nm의 두께로 증발시킴으로써 증착시켜 음극으로서 작용하는 제2 전극 (1103)을 형성하여 발광 소자 3을 수득하였다. 상기 모든 증발 수순에서, 증발을 저항-가열 방법을 사용하여 수행했다는 점에 유의한다.

[0367] 상기에서 기술된 바와 같이 수득된 발광 소자 3의 소자 구조가 표 5에 나타나 있다.

표 5

	제1 전극	정공-주입층	정공-수송층	발광층	전자-수송층	전자-주입층	제2 전극
발광 소자 3	ITSO (110 nm)	DBT3P-II:MoO _x (4:2 40 nm)	BPAFLP (20 nm)	*	**	BPhen (20 nm)	LiF (1 nm) Al (200 nm)

[0369] * 2mDBTPDBq-II:NPB:[Ir(dmdppm)₂(dpm)] (0.8:0.2:0.05 40 nm)

[0370] ** 2mDBTPDBq-II (10 nm)

[0371] 또한, 제조된 발광 소자 3을 공기에 노출되지 않도록 질소 분위기의 글로브 박스 내에서 밀봉하였다 (구체적으로는, 실런트를 소자의 외부 가장자리에 적용하고 밀봉 시에 80 °C에서 1 시간 동안 열처리를 수행하였음).

[0372] <<발광 소자 3의 동작 특성>>

[0373] 제조된 발광 소자 3의 동작 특성을 측정하였다. 측정을 실온에서 (온도가 25 °C로 유지된 분위기에서) 수행했다는 점에 유의한다.

[0374] 도 30은 발광 소자 3의 전류 밀도-휘도 특성을 나타낸다. 도 30에서, 세로축은 휘도 (cd/m²)를 나타내고 가로축은 전류 밀도 (mA/cm²)를 나타낸다. 도 31은 발광 소자 3의 전압-휘도 특성을 나타낸다. 도 31에서, 세로축

은 휘도 (cd/m^2)를 나타내고 가로축은 전압 (V)을 나타낸다. 또한, 도 32는 발광 소자 3의 휘도-전류 효율 특성을 나타낸다. 도 32에서, 세로축은 전류 효율 (cd/A)을 나타내고 가로축은 휘도 (cd/m^2)를 나타낸다. 도 33은 발광 소자 3의 전압-전류 특성을 나타낸다. 도 33에서, 세로축은 전류 (mA)를 나타내고 가로축은 전압 (V)을 나타낸다.

[0375] 도 32는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[Ir(dmdppm)_2(dpm)]$ (약칭)이 발광층의 일부로서 사용된 발광 소자 3의 높은 효율을 보여준다. 표 6에는 약 $1000\ cd/m^2$ 의 휘도에서 발광 소자 3의 주요 특성의 최초 값이 나타나 있다.

표 6

	전압 (V)	전류 (mA)	전류 밀도 (mA/cm^2)	색도 (x,y)	휘도 (cd/m^2)	전류 효율 (cd/A)	전력 효율 (Im/W)	양자 효율 (%)
발광 소자 3	3	0.091	2.3	(0.62, 0.38)	1200	52	55	30.3

[0377] 상기 결과를 통해, 본 실시예에서 제조된 발광 소자 3은 높은 전류 효율을 갖는 높은 휘도의 발광 소자라는 것을 알 수 있다. 더욱이, 색 순도에 관해서는, 발광 소자는 탁월한 색 순도를 갖는 붉은 주황색 광을 방출한다는 것을 알 수 있다.

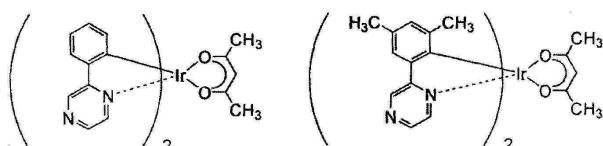
[0378] 도 34에는 전류를 $2.5\ mA/cm^2$ 의 전류 밀도로 발광 소자 3에 공급했을 때의 방출 스펙트럼이 나타나 있다. 도 34에 나타난 바와 같이, 발광 소자 3의 방출 스펙트럼은 약 $610\ nm$ 에서 피크를 갖고 이는 상기 피크가 유기금속 착물 $[Ir(dmdppm)_2(dpm)]$ (약칭)의 방출로부터 유래된다는 것을 암시한다. 도 34에는 또한 비교 실시예로서 비교용 발광 소자 3의 방출 스펙트럼이 나타나 있다는 점에 유의한다. 비교용 발광 소자 3은 발광 소자 3에서 사용된 유기금속 착물 $[Ir(dmdppm)_2(dpm)]$ (약칭) 대신에 유기금속 착물 $[Ir(dppm)_2(acac)]$ (약칭)를 사용하여 제조된 것이었다. 따라서, 발광 소자 3의 방출 스펙트럼의 반쪽은 비교용 발광 소자 3의 방출 스펙트럼에서보다 더 작다는 것이 관찰되었다. 이는 이리듐에 결합된 페닐 기의 2번 위치 및 4번 위치에 메틸 기가 결합된 유기금속 착물 $[Ir(dmdppm)_2(dpm)]$ (약칭)의 구조에 의해 초래된 효과인 것으로 추정할 수 있다. 따라서, 발광 소자 3은 높은 방출 효율을 갖고 높은 색 순도를 달성한다고 말할 수 있다.

[0379] 발광 소자 3을 신뢰성 시험에 적용하였다. 신뢰성 시험의 결과가 도 35 및 도 36에 나타나 있다. 도 35에서, 세로축은 최초 휘도를 100 %로 했을 때의 표준화 휘도 (%)를 나타내며 가로축은 소자의 구동 시간 (h)을 나타낸다. 한 신뢰성 시험에서, 발광 소자 3은 최초 휘도가 $5000\ cd/m^2$ 로 설정되고 전류 밀도가 일정한 조건에서 구동되었다는 점에 유의한다. 발광 소자 3은 100 시간이 경과한 후에 최초 휘도의 약 85 %를 유지하였다. 또한, 도 36에서, 세로축은 최초 휘도를 100 %로 했을 때의 표준화 휘도 (%)를 나타내며 가로축은 소자의 구동 시간 (h)을 나타낸다. 다른 신뢰성 시험에서, 발광 소자 3은 $0.3\ mA$ 의 전류 값에서 구동되었다는 점에 유의한다. 발광 소자 3은 100 시간이 경과한 후에 최초 휘도의 약 90 %를 유지하였다.

[0380] 따라서, 상이한 조건에서 수행된 두 가지 신뢰성 시험을 통해, 발광 소자 3은 신뢰성이 높다는 것을 알 수 있다. 또한, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물을 사용함으로써, 긴 수명을 갖는 발광 소자를 수득할 수 있다는 것을 확인하였다.

[실시예 7]

[0382] 본 실시예에서는 계산에 의해 수득된 인광 스펙트럼이 기술될 것이다. 본 실시예에서 사용된 유기금속 착물의 화학식은 하기에 나타나 있다는 점에 유의한다.



$[Ir(ppr)_2(acac)]$

$[Ir(dmppr)_2(acac)]$

[0383]

[0384] <<계산 실시예>>

일중향 기저 상태 (S_0) 및 최저 여기 삼중향 상태 (T_1)의 $[\text{Ir}(\text{ppr})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 가장 안정한 구조, 및 일중향 기저 상태 (S_0) 및 최저 여기 삼중향 상태 (T_1)의 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물의 아날로그 모델인 $[\text{Ir}(\text{dmppr})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 가장 안정한 구조를 밀도 함수 이론 (DFT)을 사용하여 계산하였다. 또한, 각각의 가장 안정한 구조에 대해 진동 분석을 수행하였고, S_0 상태의 진동 상태와 T_1 상태의 진동 상태 사이의 전이 가능성을 수득하여, 인광 스펙트럼을 계산하였다. DFT에서는, 총 에너지는 포텐셜 에너지, 전자들 사이의 정전기 에너지, 전자 운동 에너지, 및 전자들 사이의 모든 복잡한 상호작용을 포함하는 교환-상관 에너지의 합으로서 나타내어진다. DFT에서는 또한, 교환-상관 상호작용은 고속 계산이 가능하도록 전자 밀도로서 나타내어지는 하나의 전자 포텐셜의 범함수 (또 다른 함수의 함수)와 유사하게 나타내어진다. 여기서, 혼성(hybrid) 범함수인 B3PW91은 교환-상관 에너지와 관련된 각각의 매개변수의 가중치를 규정하는데 사용되었다.

또한, 기저(basis) 함수로서, 6-311G (원자가 궤도에 대한 세 가지의 축약 함수를 사용하는 삼중향-분할 원자가 기저 집합의 기저 함수)는 각각의 H, C, N 및 O 원자에 적용되었고, LanL2DZ는 Ir 원자에 적용되었다. 상기 기저 함수에 의해, 예를 들어, 수소 원자의 경우에 1s 내지 3s의 궤도가 고려되는 반면에 탄소 원자의 경우에는 1s 내지 4s 및 2p 내지 4p의 궤도가 고려된다. 또한, 계산의 정확성을 개선하기 위해서, 분극화 기저 집합으로서의 p 함수 및 d 함수가 각각 수소 원자 및 수소 원자 외의 다른 원자에 부가되었다. 가우스(Gaussian) 09가 양자 화학 계산 프로그램으로서 사용되었다는 점에 유의한다. 상기 계산을 위해 고성능 컴퓨터 (SGI 재팬 리미티드(SGI Japan, Ltd.)에 의해 제조된 알티스(Altix) 4700)가 사용되었다.

상기 계산 방법에 의해 수득된, $[\text{Ir}(\text{ppr})_2(\text{acac})]$ (약칭) 및 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물의 아날로그 모델인 $[\text{Ir}(\text{dmppr})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 인광 스펙트럼이 도 38에 나타나 있다는 점에 유의한다. 135 cm^{-1} 의 반폭을 사용하고 프랑크-콘돈(Franck-Condon) 인자를 고려하여, 계산을 수행하였다.

도 38에 나타내어지는 바와 같이, $[\text{Ir}(\text{ppr})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 인광 스펙트럼에서 약 640 nm에서의 2차 피크의 세기는 높은 반면에, $[\text{Ir}(\text{dmppr})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 인광 스펙트럼에서 약 690 nm에서의 2차 피크의 세기는 낮다. 2차 피크는 리간드 내의 C-C 결합 또는 C-N 결합의 신축 진동으로 인한 것이다. $[\text{Ir}(\text{dmppr})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 경우에는, 상기 신축 진동의 진동 상태들 사이의 전이 가능성을 낮다. 따라서, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물의 아날로그 모델인 $[\text{Ir}(\text{dmppr})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 스펙트럼은 $[\text{Ir}(\text{ppr})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 것 보다 더 좁다는 것을 알 수 있다.

벤젠 고리의 탄소 원자에 의해 형성된 이면각을, 상기 계산 방법에 의해 수득된, $[\text{Ir}(\text{ppr})_2(\text{acac})]$ (약칭) 및 본 발명의 한 실시형태에 따른 유기금속 착물의 아날로그 모델인 $[\text{Ir}(\text{dmppr})_2(\text{acac})]$ (약칭) 간에 비교하였다. 비교 결과가 표 7에 나타나 있다. 각각 벤젠 고리의 탄소 원자에 의해 형성된, 서로 비교된 이면각의 위치는 도 39에 나타나 있다.

표 7

	$[\text{Ir}(\text{ppr})_2(\text{acac})]$	$[\text{Ir}(\text{dmppr})_2(\text{acac})]$
S_0	1.2°	3.8°
T_1	-1.7°	6.1°

S_0 및 T_1 상태의 $[\text{Ir}(\text{ppr})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 경우에 이면각의 값은 표 7에 나타난 바와 같이 작고, 이는 그의 벤젠 고리가 매우 평평하고 리간드 내의 C-C 결합 또는 C-N 결합의 신축 진동의 진동 상태들 사이의 전이 가능성이 높다는 것을 암시한다. 이와 대조적으로, S_0 및 T_1 상태의 $[\text{Ir}(\text{dmppr})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 경우에 이면각의 값은 크고, 이는 그의 벤젠 고리가 덜 평평하고 리간드 내의 C-C 결합 또는 C-N 결합의 신축 진동의 진동 상태들 사이의 전이 가능성이 낮다는 것을 암시한다. 이는 폐널 기에 결합된 두 개의 메틸 기로 인한 것일 수 있다. 즉, 아리듐에 결합된 폐널 기의 2번 위치 및 4번 위치에 두 개의 알킬 기가 결합된 경우에, 인광 스펙트럼의 반폭은 작고 방출된 광의 색 순도는 높다는 것이 밝혀졌다.

[0392]

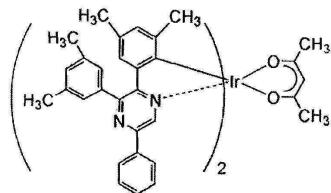
[실시예 8]

[0393]

<<합성 실시예 4>>

[0394]

합성 실시예 4에서는, 실시형태 1에서 구조식 (121)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 촉물인 비스{4,6-디메틸-2-[3-(3,5-디메틸페닐)-5-페닐-2-피라지닐- κ N]페닐- κ C}(2,4-펜탄디오나토- κ O, O')이리듐(III) (약칭: $[\text{Ir}(\text{dmdppr-P})_2(\text{acac})]$)의 합성 방법이 기술된다. $[\text{Ir}(\text{dmdppr-P})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 구조는 하기에 나타나 있다.



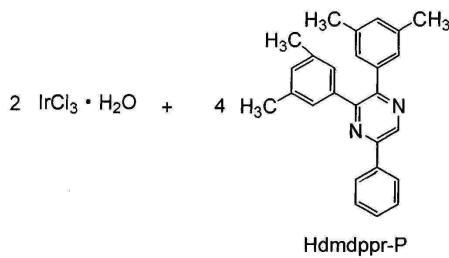
(121)
 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-P})_2(\text{acac})]$

[0395]

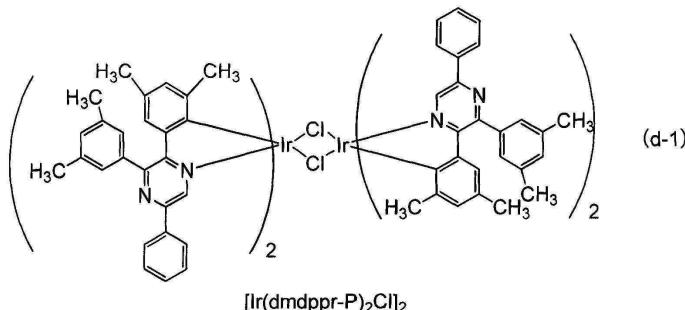
<수순 1: 디- μ -클로로-테트라카스{4,6-디메틸-2-[3-(3,5-디메틸페닐)-5-페닐-2-피라지닐- κ N]페닐- κ C}디이리듐(III) (약칭: $[\text{Ir}(\text{dmdppr-P})_2\text{Cl}]_2$)의 합성>

[0397]

우선, 2-에톡시에탄올 30 mL, 물 10 mL, Hdmdppr-P (약칭) 3.18 g, 및 염화이리듐 수화물 ($\text{IrCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) (시그마-알드리치 코포레이션에 의해 제조됨) 1.27 g을, 환류관이 장착된 등근바닥 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 1 시간 동안 조사함으로써 반응을 초래하였다. 용매를 증류 제거하고, 이어서 수득된 잔류물을 흡인-여과하고 에탄올로써 세척하여, 이핵 촉물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-P})_2\text{Cl}]_2$ (약칭)를 적갈색 분말로서 67 %의 수율로 수득하였다. 수순 1의 합성 방법이 (d-1)에 나타나 있다.



2-에톡시에탄올 / H_2O



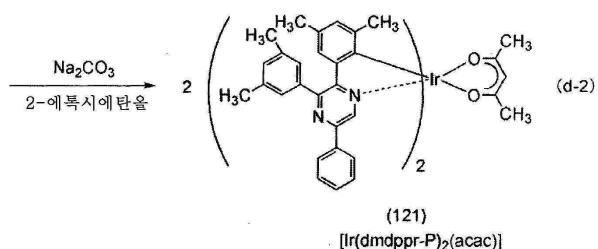
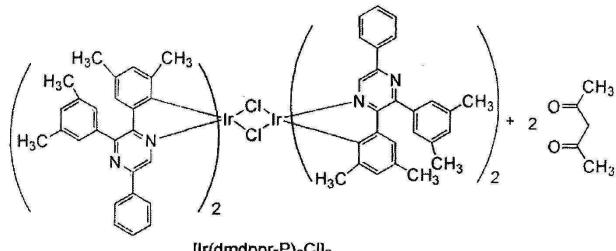
[0398]

<수순 2: 비스{4,6-디메틸-2-[3-(3,5-디메틸페닐)-5-페닐-2-피라지닐- κ N]페닐- κ C}(2,4-펜탄디오나토- κ O, O')이리듐(III) (약칭: $[\text{Ir}(\text{dmdppr-P})_2(\text{acac})]$)의 합성>

[0400]

또한, 2-에톡시에탄올 40 mL, 수순 1에서 수득된 이핵 촉물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-P})_2\text{Cl}]_2$ (약칭) 2.8 g, 아세틸아세톤 (약칭: Hacac) 0.46 g, 및 탄산나트륨 1.6 g을, 환류관이 장착된 등근바닥 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공

기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz 120 W)를 1 시간 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 용매를 중류 제거하고, 수득된 잔류물을 에탄올로써 흡인-여과하고 물 및 에탄올로써 세척하였다. 수득된 고체를, 전개 용매로서 1:10의 비의 에틸 아세테이트 및 헥сан을 사용하는 플래쉬 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하고 디클로로메탄과 에탄올의 혼합 용매를 사용하여 재결정화를 수행하여, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-P})_2(\text{acac})]$ (약칭)를 암적색 분말로서 24 %의 수율로 수득하였다. 수순 2의 합성 방법이 (d-2)에 나타나 있다.



[0401]

[0402] 수순 2에서 수득된 암적색 분말의 핵자기 공명 ($^1\text{H-NMR}$) 분광법에 의한 분석 결과가 하기에서 기술된다. 도 40은 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다. 이 결과를 통해, 구조식 (121)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-P})_2(\text{acac})]$ (약칭)가 합성 실시예 4에서 수득되었음을 알게 되었다.

$^1\text{H-NMR. } \delta(\text{CDCl}_3): 1.41 (\text{s, 6H}), 1.81 (\text{s, 6H}), 1.95 (\text{s, 6H}), 2.42 (\text{s, 12H}), 5.06 (\text{s, 1H}), 6.46 (\text{s, 2H}), 6.81 (\text{s, 2H}), 7.19 (\text{s, 2H}), 7.41-7.49 (\text{m, 10H}), 8.05 (\text{d, 4H}), 8.83 (\text{s, 2H}).$

[0403]

[0404] 이어서, $[\text{Ir}(\text{dmdppr-P})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 디클로로메탄 용액의 자외선-가시광선 흡수 스펙트럼 (하기에서는 간단히 "흡수 스펙트럼"이라고 지칭됨) 및 그의 방출 스펙트럼을 측정하였다. 흡수 스펙트럼의 측정을 실온에서 수행하였고, 이를 위해 자외선-가시광선 분광광도계 (재팬 스펙트로스코피 코포레이션에 의해 제조된 V550 유형)를 사용하고 디클로로메탄 용액 (0.085 mmol/l)을 석영 셀에 넣었다. 또한, 방출 스펙트럼의 측정을 실온에서 수행하였고, 이를 위해 형광 분광광도계 (하마마쓰 포토닉스 주식회사에 의해 제조된 FS920)를 사용하고 탈기된 디클로로메탄 용액 (0.085 mmol/l)을 석영 셀에 넣었다. 수득된 흡수 및 방출 스펙트럼의 측정 결과는 도 41에 나타나 있고, 여기서 가로축은 파장을 나타내고 세로축은 흡수 세기 및 방출 세기를 나타낸다. 두 개의 실선이 존재하는 도 41에서, 짙은 선은 흡수 스펙트럼을 나타내고 두꺼운 선은 방출 스펙트럼을 나타낸다. 도 41에서 흡수 스펙트럼은, 디클로로메탄만을 석영 셀에 넣음으로써 측정한 흡수 스펙트럼을 디클로로메탄 용액 (0.085 mmol/l)을 석영 셀에 넣음으로써 측정한 흡수 스펙트럼으로부터 뺀으로써 수득한 결과라는 점에 유의한다.

[0405]

도 41에 나타난 바와 같이, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-P})_2(\text{acac})]$ (약칭)는 약 633 nm에서 방출 피크를 갖고, 디클로로메탄 용액으로부터 적색 광 방출이 관찰되었다.

[0406]

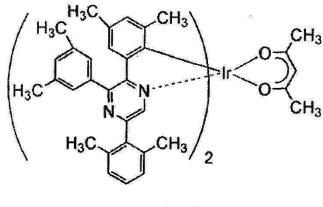
또한, $[\text{Ir}(\text{dmdppr-P})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 중량 손실률을 고 진공 시차형 시차 열 저울 (브루커 악스 주식회사에 의해 제조된 TG/DTA 2410SA)을 사용하여 측정하였다. 온도를 8×10^{-4} Pa의 진공도에서 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 의 속도로 상승시켰다. 그 결과, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-P})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 중량 손실률

은 도 42에서 나타난 바와 같이 100 %인 것으로 밝혀졌고, 이는 상기 유기금속 촉물의 유리한 승화 성질을 암시하였다.

[0407] [실시예 9]

<<합성 실시예 5>>

[0409] 합성 실시예 5에서는, 실시형태 1에서 구조식 (122)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 촉물인 비스{4,6-디메틸-2-[5-(2,6-디메틸페닐)-3-(3,5-디메틸페닐)-2-파라지닐-κ N]페닐-κ C}(2,4-펜탄디오나토-κ² O,O')이리듐 (III) (약칭: [Ir(dmdppr-dmp)₂(acac)])의 합성 방법이 기술된다. [Ir(dmdppr-dmp)₂(acac)] (약칭)의 구조는 하기에 나타나 있다.

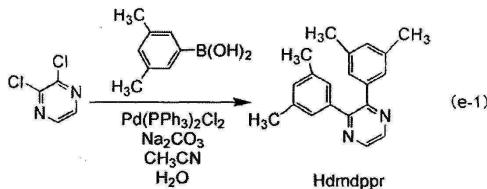


(122)
[Ir(dmdppr-dmp)₂(acac)]

[0410]

[0411] <수순 1: 2,3-비스(3,5-디메틸페닐)파라진 (약칭: Hdmdppr)의 합성>

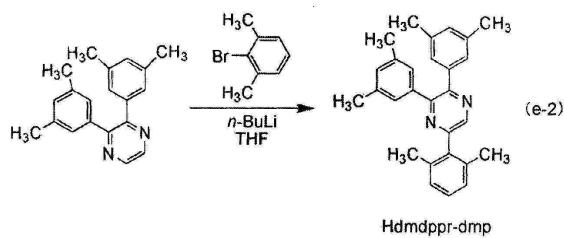
[0412] 우선, 2,3-디클로로파라진 5.00 g, 3,5-디메틸페닐붕소산 10.23 g, 탄산나트륨 7.19 g, 비스(트리페닐포스핀)팔라듐(II) 디클로라이드 ($Pd(PPh_3)_2Cl_2$) 0.29 g, 물 20 mL, 및 아세토니트릴 20 mL를, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이 반응 용기에 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 여기서, 또한 3,5-디메틸페닐붕소산 2.55 g, 탄산나트륨 1.80 g, $Pd(PPh_3)_2Cl_2$ 0.070 g, 물 5 mL, 및 아세토니트릴 5 mL를 상기 플라스크에 넣고 다시 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 이어서, 이 용액에 물을 첨가하고, 유기 층을 디클로로메탄으로써 추출하였다. 수득된 유기 층을 탄산수소나트륨의 포화 수용액, 물, 및 포화 염수로써 세척하고 황산마그네슘으로써 건조시켰다. 상기 건조 후에, 용액을 여과하였다. 이 용액의 용매를 중류 제거하고, 수득된 잔류물을, 전개 용매로서 5:1의 비의 헥산 및 에틸 아세테이트를 사용하는 플래쉬 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하였다. 용매를 중류 제거하고, 수득된 고체를, 전개 용매로서 10:1의 비의 디클로로메탄 및 에틸 아세테이트를 사용하는 플래쉬 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하여, 제조될 파라진 유도체인 Hdmdppr (약칭)을 백색 분말로서 44 %의 수율로 수득하였다. 극초단파의 조사로 극초단파 합성 시스템 (CEM 코포레이션에 의해 제조된 디스커버)을 사용하여 수행했다는 점에 유의한다. 수순 1의 합성 방법이 (e-1)에 나타나 있다.



[0413]

[0414] <수순 2: 5-(2,6-디메틸페닐)-2,3-비스(3,5-디메틸페닐)파라진 (약칭: Hdmdppr-dmp)의 합성>

[0415] 이어서, 2-브로모-m-크실렌 2.81 g 및 무수 THF 30 mL를 200 mL 들이 3목 플라스크에 넣고 플라스크 내의 공기를 질소로 교체하였다. 플라스크를 -78 °C로 냉각시킨 후에, n-부틸 리튬 (헥산 중 n-부틸 리튬의 1.6 M 용액) 9.4 mL를 적가하고, 혼합물을 -78 °C에서 1 시간 동안 교반하였다. 여기서, 수순 1에서 수득된 Hdmdppr (약칭) 4.01 g 및 무수 THF 40 mL를 첨가하고, 혼합물을 실온에서 16 시간 30 분 동안 교반하였다. 반응한 용액을 물에 붓고 용액을 클로로포름으로써 추출하였다. 수득된 유기 층을 물 및 포화 염수로써 세척하고, 황산마그네슘으로써 건조시켰다. 수득된 혼합물에 산화망간을 첨가하고 혼합물을 30 분 동안 교반하였다. 이어서, 용액을 여과하고 용매를 중류 제거하였다. 수득된 잔류물을, 전개 용매로서 1:1의 비의 디클로로메탄 및 헥산을 사용하는 실리카겔 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하여, 제조될 파라진 유도체인 Hdmdppr-dmp (약칭)를 황백색 분말로서 10 %의 수율로 수득하였다. 수순 2의 합성 방법이 (e-2)에 나타나 있다.

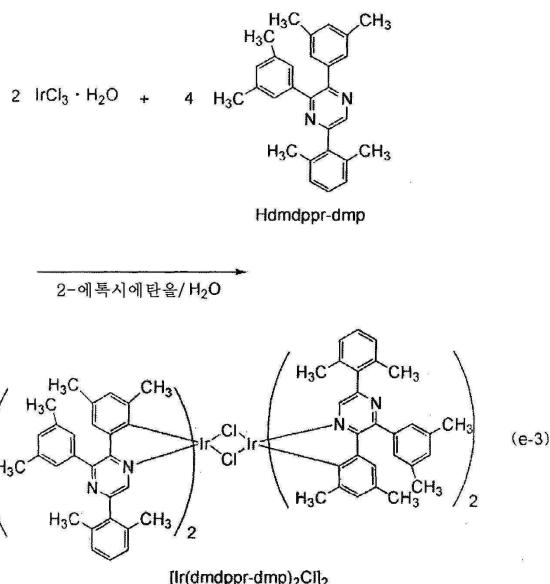


[0416]

<수순 3: 디- μ -클로로-테트라카이스{4,6-디메틸-2-[5-(2,6-디메틸페닐)-3-(3,5-디메틸페닐)-2-피라자닐- κN]페닐- κC }디이리듐(III) (약칭: $[\text{Ir}(\text{dmddppr-dmp})_2\text{Cl}]_2$)의 합성>

[0418]

이어서, 2-에톡시에탄을 15 mL, 물 5 mL, 수순 2에서 수득된 Hdmddppr-dmp (약칭) 1.12 g, 및 염화이리듐 수화물 ($\text{IrCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) (시그마-알드리치 코포레이션에 의해 제조됨) 0.39 g을, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 1 시간 동안 조사함으로써 반응을 초래하였다. 용매를 증류 제거하고, 이어서 수득된 잔류물을 흡인-여과하고 헥산으로써 세척하여, 이핵 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmddppr-dmp})_2\text{Cl}]_2$ (약칭)를 적갈색 분말로서 98 %의 수율로 수득하였다. 수순 3의 합성 방법이 (e-3)에 나타나 있다.

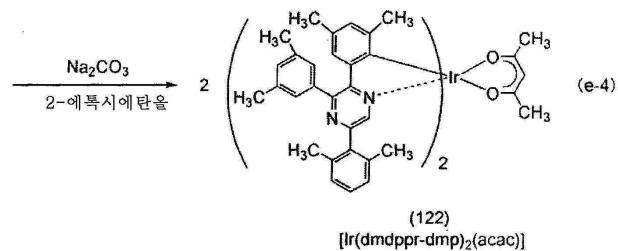
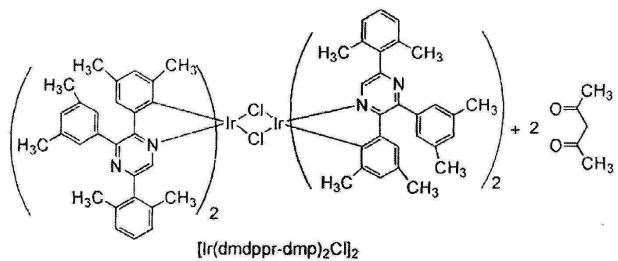


[0419]

<수순 4: 비스{4,6-디메틸-2-[5-(2,6-디메틸페닐)-3-(3,5-디메틸페닐)-2-피라자닐- κN]페닐- κC }(2,4-펜탄디오나토- $\kappa^2 O, O'$)이리듐(III) (약칭: $[\text{Ir}(\text{dmddppr-dmp})_2(\text{acac})]$)의 합성>

[0420]

또한, 2-에톡시에탄을 30 mL, 수순 3에서 수득된 이핵 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmddppr-dmp})_2\text{Cl}]_2$ (약칭) 1.28 g, 아세틸아세톤 (약칭: Hacac) 0.19 g, 및 탄산나트륨 0.68 g을, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 120 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 용매를 증류 제거하고, 수득된 잔류물을 에탄올로써 흡인-여과하였다. 수득된 고체를 물 및 에탄올로써 세척하였다. 수득된 고체를 디클로로메탄에 용해시키고 셀라이트, 알루미나, 및 셀라이트가 이러한 순서대로 적층된 여과 보조제를 통해 여과하였다. 이어서 디클로로메탄과 에탄올의 혼합 용매를 사용하여 재결정화를 수행하여, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmddppr-dmp})_2(\text{acac})]$ (약칭)를 적색 분말로서 51 %의 수율로 수득하였다. 수순 4의 합성 방법이 (e-4)에 나타나 있다.



[0422]

[0423] 수순 4에서 수득된 적색 분말의 핵자기 공명 ($^1\text{H-NMR}$) 분광법에 의한 분석 결과가 하기에서 기술된다. 도 43은 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다. 이 결과를 통해, 구조식 (122)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기 금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{acac})]$ (약칭)가 합성 실시예 5에서 수득되었음을 알게 되었다.

$^1\text{H-NMR}$. $\delta(\text{CDCl}_3)$: 1.48 (s, 6H), 1.75 (s, 6H), 1.94 (s, 6H), 2.12 (s, 12H), 2.35

(s, 12H), 5.17 (s, 1H), 6.47 (s, 2H), 6.81 (s, 2H), 7.08 (d, 4H), 7.12 (s, 2H), 7.18 (t, 2H),

7.40 (s, 4H), 8.36 (s, 2H).

[0424]

[0425] 이어서, $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 디클로로메탄 용액의 자외선-가시광선 흡수 스펙트럼 (하기에서는 간단히 "흡수 스펙트럼"이라고 지칭됨) 및 그의 방출 스펙트럼을 측정하였다. 흡수 스펙트럼의 측정을 실온에서 수행하였고, 이를 위해 자외선-가시광선 분광광도계 (제펜 스펙트로스코피 코포레이션에 의해 제조된 V550 유형)를 사용하고 디클로로메탄 용액 (0.062 mmol/l)을 석영 셀에 넣었다. 또한, 방출 스펙트럼의 측정을 실온에서 수행하였고, 이를 위해 형광 분광광도계 (하마마쓰 포토닉스 주식회사에 의해 제조된 FS920)를 사용하고 탈기된 디클로로메탄 용액 (0.062 mmol/l)을 석영 셀에 넣었다. 수득된 흡수 및 방출 스펙트럼의 측정 결과는 도 44에 나타나 있고, 여기서 가로축은 파장을 나타내고 세로축은 흡수 세기 및 방출 세기를 나타낸다. 두 개의 실선이 존재하는 도 44에서, 짙은 선은 흡수 스펙트럼을 나타내고 두꺼운 선은 방출 스펙트럼을 나타낸다. 도 44에서 흡수 스펙트럼은, 디클로로메탄만을 석영 셀에 넣음으로써 측정한 흡수 스펙트럼을 디클로로메탄 용액 (0.062 mmol/l)을 석영 셀에 넣음으로써 측정한 흡수 스펙트럼으로부터 뺀으로써 수득한 결과라는 점에 유의한다.

[0426]

도 44에 나타난 바와 같이, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{acac})]$ (약칭)는 약 610 nm에서 방출 퍼크를 갖고, 디클로로메탄 용액으로부터 붉은 주황색 광 방출이 관찰되었다.

[0427]

또한, $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 중량 손실률을 고 진공 시차형 시차 열 저울 (브루커 악스 주식회사에 의해 제조된 TG/DTA 2410SA)을 사용하여 측정하였다. 온도를 8×10^{-4} Pa의 진공도에서 10 °C/min의 속도로 상승시켰다. 그 결과, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 중량 손실률은 도 45에서 나타난 바와 같이 100 %인 것으로 밝혀졌고, 이는 상기 유기금속 착물의 유리한 승화 성질을 암시하였다.

[0428]

이어서, 본 실시예에서 수득된 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{acac})]$ (약칭)를 액체 크로마토그래피 질량 분석법 (LC/MS)을 사용하여 분석하였다.

[0429]

LC/MS에 의한 분석에서는, 액체 크로마토그래피 (LC) 분리를 아퀴티(ACQUITY) UPLC (워터스 코포레이션(Waters

Corporation)에 의해 제조됨)를 사용하여 수행하고 질량 분석법 (MS) 분석을 Xevo G2 Tof MS (워터스 코포레이션에 의해 제조됨)를 사용하여 수행하였다. 아퀴티 UPLC BEH C8 (2.1 × 100 mm, 1.7 μ m)을 LC 분리를 위한 칼럼으로서 사용하였고, 칼럼 온도는 40 °C였다. 이동상 A에는 아세토니트릴을 사용하였고 이동상 B에는 0.1 % 포름산 수용액을 사용하였다. 또한, [Ir(dmdppr-dmp)₂(acac)] (약칭)를 클로로포름에 특정 농도로 용해시키고 혼합물을 아세토니트릴로써 희석함으로써 샘플을 제조하였다. 주입량은 5.0 μ l였다.

[0430] LC 분리에서는, 이동상의 조성을 변화시키는 구배 방법을 사용하였다. 이동상 A 대 이동상 B의 비는 측정 개시 후 0 내지 1 분 동안에 85:15였고, 이어서 10 분째에 이동상 A 대 이동상 B의 비가 95:5이도록 조성을 변화시켰다. 조성을 선형적으로 변화시켰다.

[0431] MS 분석에서는, 전기분무 이온화 (ESI) 방법을 사용하여 이온화를 수행하였다. 모세관 전압 및 샘플 콘(cone) 전압을 각각 3.0 kV 및 30 V로 설정하였다. 감지를 포지티브 모드로 수행하였다. 측정을 위한 질량 범위는 m/z = 100 내지 1200이었다.

[0432] 상기 조건에서 분리 및 이온화되는 1075.45의 m/z를 갖는 성분을 충돌 셀에서 아르곤 기체와 충돌시켜 생성물 이온으로서 해리시킨다. 아르곤과의 충돌을 위한 에너지 (충돌 에너지)는 70 eV였다. 비행시간(time-of-flight) (TOF) MS에 의한 해리된 생성물 이온의 감지 결과는 도 46에 나타나 있다.

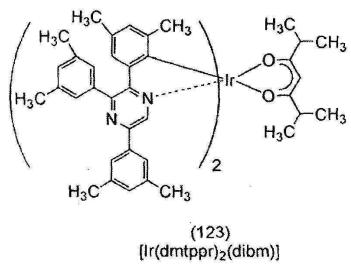
[0433] 도 46의 결과를 통해, 구조식 (122)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 [Ir(dmdppr-dmp)₂(acac)] (약칭)의 생성물 이온은 주로 m/z 973.38, m/z 957.35, m/z 679.18, m/z 577.13, 및 m/z 477.10 부근에서 감지되었다는 것을 알 수 있다. 도 46의 결과는 [Ir(dmdppr-dmp)₂(acac)] (약칭)로부터 유래된 특성을 보여주며, 따라서 혼합물 내에 함유된 [Ir(dmdppr-dmp)₂(acac)] (약칭)를 식별하는 중요한 데이터로서 간주될 수 있다는 점에 유의한다.

[0434] m/z 973.38 부근의 생성물 이온은 구조식 (122)에 의해 나타내어지는 화합물로부터 아세틸아세톤 및 양성자가 제거된 상태의 양이온이라고 추정되고 이는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물의 특성이다. m/z 957.35 부근의 생성물 이온은 m/z 973.38 부근의 생성물 이온으로부터 메틸 기가 제거됨으로써 초래된다고 추정되며, 이는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 [Ir(dmdppr-dmp)₂(acac)] (약칭)가 메틸 기를 포함한다는 것을 암시한다.

[0435] [실시예 10]

[0436] <<합성 실시예 6>>

[0437] 합성 실시예 6에서는, 실시형태 1에서 구조식 (123)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 비스{4,6-디메틸-2-[3,5-비스(3,5-디메틸페닐)-2-피라지닐-κ N]페닐-κ C}(2,6-디메틸-3,5-헵탄디오나토-κ²O,O')이리듐(III) (약칭: [Ir(dmtppr)₂(dibm)])의 합성 방법이 기술된다. [Ir(dmtppr)₂(dibm)] (약칭)의 구조는 하기에 나타나 있다.

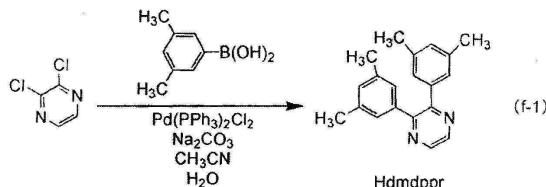


[0438]

[0439] <수순 1: 2,3-비스(3,5-디메틸페닐)피라진 (약칭: Hdmdppr)의 합성>

[0440] 우선, 2,3-디클로로피라진 5.00 g, 3,5-디메틸페닐붕소산 10.23 g, 탄산나트륨 7.19 g, 비스(트리페닐포스핀)팔라듐(II) 디클로라이드 (Pd(PPh₃)₂Cl₂) 0.29 g, 물 20 mL, 및 아세토니트릴 20 mL를, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이 반응 용기에 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 여기서, 또한 3,5-디메틸페닐붕소산 2.55 g, 탄산나트륨 1.80 g, Pd(PPh₃)₂Cl₂ 0.070 g, 물 5 mL, 및 아세토니트릴 5 mL를 상기 플라스크에 넣고 다시 극초단파 (2.45 GHz, 100

W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 이어서, 이 용액에 물을 첨가하고, 유기 층을 디클로로메탄으로써 추출하였다. 수득된 유기 층을 탄산수소나트륨의 포화 수용액, 물, 및 포화 염수로써 세척하고 황산마그네슘으로써 건조시켰다. 상기 건조 후에, 용액을 여과하였다. 이 용액의 용매를 증류 제거하고, 수득된 잔류물을, 전개 용매로서 5:1의 비의 헥산 및 에틸 아세테이트를 사용하는 플래쉬 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하였다. 용매를 증류 제거하고, 수득된 고체를, 전개 용매로서 10:1의 비의 디클로로메탄 및 에틸 아세테이트를 사용하는 플래쉬 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하여, 제조될 피라진 유도체인 Hdmdppr (약칭)을 백색 분말로서 44 %의 수율로 수득하였다. 극초단파의 조사를 극초단파 합성 시스템 (CEM 코포레이션에 의해 제조된 디스커버)을 사용하여 수행했다는 점에 유의한다. 수순 1의 합성 방법이 (f-1)에 나타나 있다.

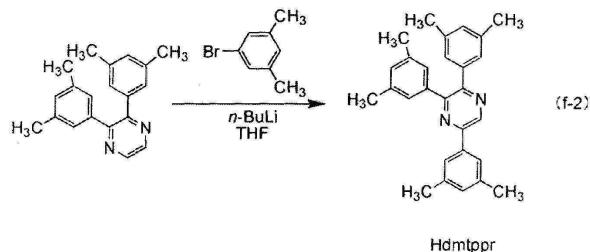


[0441]

<수순 2: 2,3,5-트리스(3,5-디메틸페닐)피라진 (약칭: Hdmtppr)의 합성>

[0443]

우선, 5-브로모-m-크실렌 2.81 g 및 무수 THF 30 mL를 200 mL 들이 3목 플라스크에 넣고 플라스크 내의 공기를 질소로 교체하였다. 플라스크를 -78 °C로 냉각시킨 후에, n-부틸 리튬 (헥산 중 n-부틸 리튬의 1.6 M 용액) 9.4 mL를 적가하고, 혼합물을 -78 °C에서 1 시간 동안 교반하였다. 여기서, 수순 1에서 수득된 Hdmdppr (약칭) 4.02 g 및 무수 THF 40 mL를 첨가하고, 혼합물을 실온에서 18 시간 동안 교반하였다. 반응한 용액을 물에 붓고 용액을 클로로포름으로써 추출하였다. 수득된 유기 층을 물 및 포화 염수로써 세척하고, 황산마그네슘으로써 건조시켰다. 수득된 혼합물을 산화망간을 첨가하고 혼합물을 30 분 동안 교반하였다. 이어서, 용액을 여과하고 용매를 증류 제거하였다. 수득된 잔류물을, 전개 용매로서 1:1의 비의 디클로로메탄 및 헥산을 사용하는 실리카겔 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하여, 제조될 피라진 유도체인 Hdmtppr (약칭)을 주황색 오일로서 37 %의 수율로 수득하였다. 수순 2의 합성 방법이 (f-2)에 나타나 있다.

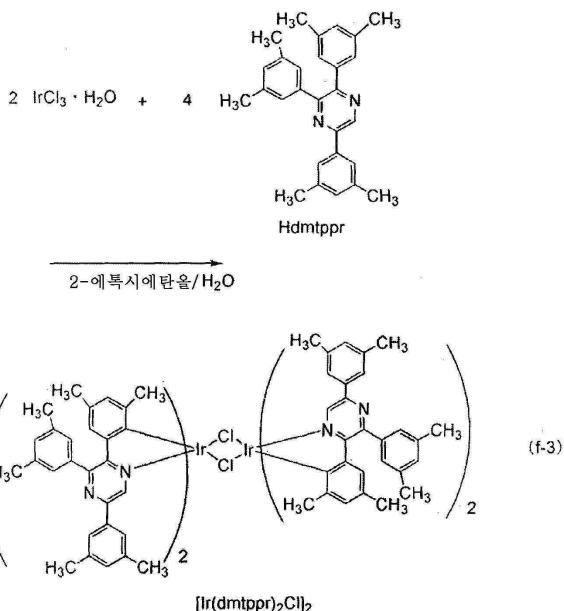


[0444]

<수순 3: 디-μ-클로로-테트라카이스{4,6-디메틸-2-[3,5-비스(3,5-디메틸페닐)-2-피라지닐-κ N]-페닐-κ C}디이리듐 (III) (약칭: [Ir(dmtppr)2Cl]2)의 합성>

[0446]

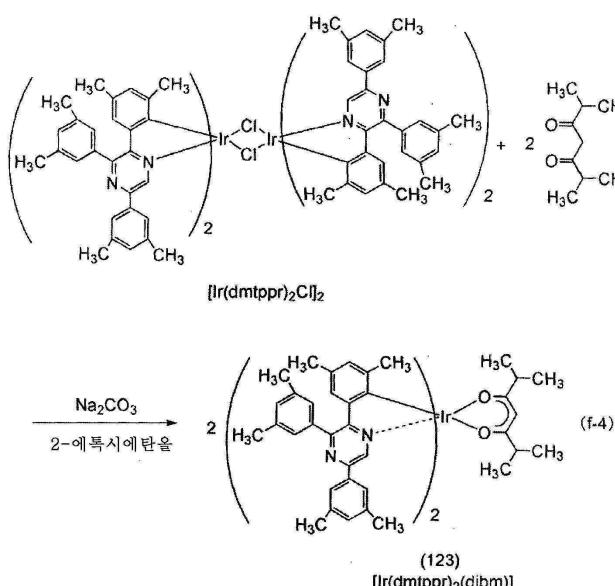
이어서, 2-에톡시에탄을 30 mL, 물 10 mL, 수순 2에서 수득된 Hdmtppr (약칭) 1.95 g, 및 염화이리듐 수화물 ($\text{IrCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) (시그마-알드리치 코포레이션에 의해 제조됨) 0.72 g을, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 1 시간 동안 조사함으로써 반응을 초래하였다. 용매를 증류 제거하고, 이어서 수득된 잔류물을 흡인-여과하고 에탄올로써 세척하여, 이핵 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmtppr})_2\text{Cl}]_2$ (약칭)를 적갈색 분말로서 78 %의 수율로 수득하였다. 수순 3의 합성 방법이 (f-3)에 나타나 있다.



[0447]

[0448] <수순 4: 비스{4,6-디메틸-2-[3,5-비스(3,5-디메틸페닐)-2-피라지닐-κN]페닐-κC}(2,6-디메틸-3,5-헵坦디오나토-κ²O,O')이리듐(III) (약칭: [Ir(dmtppr)₂(dibm)])의 합성>

[0449] 또한, 2-에톡시에탄올 30 mL, 수순 3에서 수득된 이핵 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmtppr})_2\text{Cl}]_2$ (약칭) 0.89 g, 디이소부티릴메탄 (약칭: Hdibm) 0.20 g, 및 탄산나트륨 0.47 g을, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 200 W)를 60 분 동안 조사하였다. 여기서, Hdibm 0.20 g을 첨가하고, 다시 극초단파 (2.45 GHz, 200 W)를 60 분 동안 조사하였다. 용매를 중류 제거하고 Hdibm 0.20 g, 탄산나트륨 0.47 g, 및 2-에톡시에탄올 30 mL을 첨가하였다. 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 200 W)를 2 시간 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 용매를 중류 제거하고, 수득된 잔류물을 에탄올로써 흡인-여과하였다. 수득된 고체를 물 및 에탄올로써 세척하였다. 수득된 고체를 디클로로메탄에 용해시키고 셀라이트, 알루미나, 및 셀라이트가 이러한 순서대로 적층된 여과 보조제를 통해 여과하였다. 이어서 디클로로메탄과 에탄올의 혼합 용매를 사용하여 재결정화를 수행하여, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmtppr})_2(\text{dibm})]$ (약칭)을 암적색 분말로서 73 %의 수율로 수득하였다. 수순 4의 합성 방법이 (f-4)에 나타나 있다.



[0450]

[0451] 수순 4에서 수득된 암적색 분말의 핵자기 공명 ($^1\text{H-NMR}$) 분광법에 의한 분석 결과가 하기에서 기술된다. 도 47

은 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다. 이 결과를 통해, 구조식 (123)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmtppr})_2(\text{dibm})]$ (약칭)이 합성 실시에 6에서 수득되었음을 알게 되었다.

$^1\text{H-NMR}$. $\delta(\text{CDCl}_3)$: 0.78 (d, 6H), 0.99 (d, 6H), 1.41 (s, 6H), 1.96 (s, 6H), 2.24-2.30 (m, 2H), 2.35 (s, 12H), 2.42 (s, 12H), 5.07 (s, 1H), 6.46 (s, 2H), 6.78 (s, 2H), 7.04 (s, 2H), 7.18 (s, 2H), 7.47 (s, 2H), 7.49 (s, 2H), 7.67 (s, 4H), 8.77 (s, 2H).

[0452]

이어서, $[\text{Ir}(\text{dmtppr})_2(\text{dibm})]$ (약칭)의 디클로로메탄 용액의 자외선-가시광선 흡수 스펙트럼 (하기에서는 간단히 "흡수 스펙트럼"이라고 지칭됨) 및 그의 방출 스펙트럼을 측정하였다. 흡수 스펙트럼의 측정을 실온에서 수행하였고, 이를 위해 자외선-가시광선 분광광도계 (재팬 스펙트로스코피 코포레이션에 의해 제조된 V550 유형)를 사용하고 디클로로메탄 용액 (0.068 mmol/l)을 석영 셀에 넣었다. 또한, 방출 스펙트럼의 측정을 실온에서 수행하였고, 이를 위해 형광 분광광도계 (하마마쓰 포토닉스 주식회사에 의해 제조된 FS920)를 사용하고 탈기된 디클로로메탄 용액 (0.31 $\mu\text{mol/l}$)을 석영 셀에 넣었다. 수득된 흡수 및 방출 스펙트럼의 측정 결과는 도 48에 나타나 있고, 여기서 가로축은 파장을 나타내고 세로축은 흡수 세기 및 방출 세기를 나타낸다. 두 개의 실선이 존재하는 도 48에서, 얇은 선은 흡수 스펙트럼을 나타내고 두꺼운 선은 방출 스펙트럼을 나타낸다. 도 48에서 흡수 스펙트럼은, 디클로로메탄만을 석영 셀에 넣음으로써 측정한 흡수 스펙트럼을 디클로로메탄 용액 (0.068 mmol/l)을 석영 셀에 넣음으로써 측정한 흡수 스펙트럼으로부터 뺄셈으로써 수득한 결과라는 점에 유의한다.

[0454]

도 48에 나타난 바와 같이, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmtppr})_2(\text{dibm})]$ (약칭)은 약 629 nm에서 방출 피크를 갖고, 디클로로메탄 용액으로부터 붉은 주황색 광 방출이 관찰되었다.

[0455]

이어서, 본 실시예에서 수득된 $[\text{Ir}(\text{dmtppr})_2(\text{dibm})]$ (약칭)을 액체 크로마토그래피 질량 분석법 (LC/MS)을 사용하여 분석하였다.

[0456]

LC/MS에 의한 분석에서는, 액체 크로마토그래피 (LC) 분리를 아퀴티 UPLC (워터스 코포레이션에 의해 제조됨)를 사용하여 수행하고 질량 분석법 (MS) 분석을 Xevo G2 Tof MS (워터스 코포레이션에 의해 제조됨)를 사용하여 수행하였다. 아퀴티 UPLC BEH C8 ($2.1 \times 100 \text{ mm}$, $1.7 \mu\text{m}$)을 LC 분리를 위한 칼럼으로서 사용하였고, 칼럼 온도는 40 °C였다. 이동상 A에는 아세토니트릴을 사용하였고 이동상 B에는 0.1 % 포름산 수용액을 사용하였다. 또한, $[\text{Ir}(\text{dmtppr})_2(\text{dibm})]$ (약칭)을 클로로포름에 특정 농도로 용해시키고 혼합물을 아세토니트릴로써 희석함으로써 샘플을 제조하였다. 주입량은 5.0 μl 였다.

[0457]

LC 분리에서는, 이동상의 조성을 변화시키는 구배 방법을 사용하였다. 이동상 A 대 이동상 B의 비는 측정 개시 후 0 내지 1 분 동안에 90:10이었다. 이어서 2 분째에 이동상 A 대 이동상 B의 비가 95:5이도록 조성을 변화시켰고, 이 비를 10 분이 될 때까지 동일하게 유지하였다. 조성을 선형적으로 변화시켰다.

[0458]

MS 분석에서는, 전기분무 이온화 (ESI) 방법을 사용하여 이온화를 수행하였다. 모세관 전압 및 샘플 콘 전압을 각각 3.01075 kV 및 30 V로 설정하였다. 감지를 포지티브 모드로 수행하였다. 측정을 위한 질량 범위는 $m/z = 100$ 내지 1200이었다.

[0459]

상기 조건에서 분리 및 이온화되는 1131.52의 m/z 를 갖는 성분을 충돌 셀에서 아르곤 기체와 충돌시켜 생성물 이온으로서 해리시킨다. 아르곤과의 충돌을 위한 에너지 (충돌 에너지)는 70 eV였다. 비행시간 (TOF) MS에 의한 해리된 생성물 이온의 감지 결과는 도 49에 나타나 있다.

[0460]

도 49의 결과를 통해, 구조식 (123)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmtppr})_2(\text{dibm})]$ (약칭)의 생성물 이온은 주로 m/z 973.38 및 m/z 583.17 부근에서 감지되었다는 것을 알 수 있다. 도 49의 결과는 $[\text{Ir}(\text{dmtppr})_2(\text{dibm})]$ (약칭)으로부터 유래된 특성을 보여주며, 따라서 혼합물 내에 함유된 $[\text{Ir}(\text{dmtppr})_2(\text{dibm})]$ (약칭)을 식별하는 중요한 데이터로서 간주될 수 있다는 점에 유의한다.

[0461]

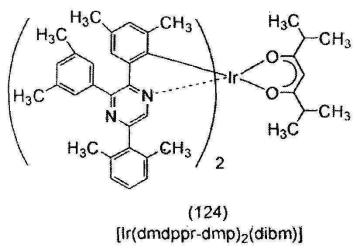
m/z 973.38 부근의 생성물 이온은 구조식 (123)에 의해 나타내어지는 화합물로부터 아세틸아세톤 및 양성자가 제거된 상태의 양이온이라고 추정되고 이는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물의 특성이다. 또한, m/z 583.17 부근의 생성물 이온은 구조식 (123)에 의해 나타내어지는 화합물로부터 리간드인 Hdmtppr-dmp (약칭) 및 아세틸아세톤이 제거된 상태의 양이온이라고 추정되고, 이는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물의 특성이

다.

[0462] [실시예 11]

[0463] <<합성 실시예 7>>

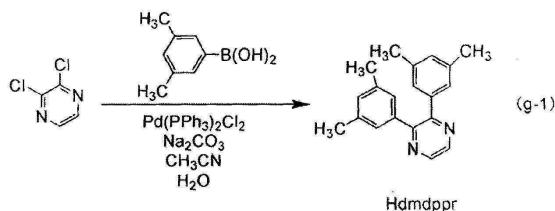
[0464] 합성 실시예 7에서는, 실시형태 1에서 구조식 (124)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 촉물인 비스{4,6-디메틸-2-[5-(2,6-디메틸페닐)-3-(3,5-디메틸페닐)-2-피라지닐-κN]페닐-κC}(2,6-디메틸-3,5-헵탄디오나토-κ²O,O')이리듐(III) (약칭: [Ir(dmdppr-dmp)₂(dibm)])의 합성 방법이 기술된다. [Ir(dmdppr-dmp)₂(dibm)] (약칭)의 구조는 하기에 나타나 있다.



[0465]

[0466] <수순 1: 2,3-비스(3,5-디메틸페닐)피라진 (약칭: Hdmdppr)의 합성>

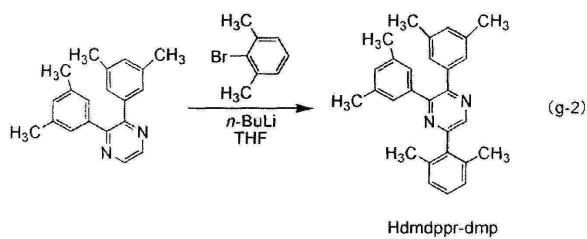
[0467] 우선, 2,3-디클로로피라진 5.00 g, 3,5-디메틸페닐붕소산 10.23 g, 탄산나트륨 7.19 g, 비스(트리페닐포스핀)팔라듐(II) 디클로라이드 ($Pd(PPh_3)_2Cl_2$) 0.29 g, 물 20 mL, 및 아세토니트릴 20 mL를, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이 반응 용기에 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 여기서, 또한 3,5-디메틸페닐붕소산 2.55 g, 탄산나트륨 1.80 g, $Pd(PPh_3)_2Cl_2$ 0.070 g, 물 5 mL, 및 아세토니트릴 5 mL를 상기 플라스크에 넣고 다시 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 이어서, 이 용액에 물을 첨가하고, 유기 층을 디클로로메탄으로써 추출하였다. 수득된 유기 층을 탄산수소나트륨의 포화 수용액, 물, 및 포화 염수로써 세척하고 황산마그네슘으로써 건조시켰다. 상기 건조 후에, 용액을 여과하였다. 이 용액의 용매를 중류 제거하고, 수득된 잔류물을, 전개 용매로서 5:1의 비의 헥산 및 에틸 아세테이트를 사용하는 플래쉬 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하였다. 용매를 중류 제거하고, 수득된 고체를, 전개 용매로서 10:1의 비의 디클로로메탄 및 에틸 아세테이트를 사용하는 플래쉬 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하여, 제조될 피라진 유도체인 Hdmdppr (약칭)을 백색 분말로서 44 %의 수율로 수득하였다. 극초단파의 조사를 극초단파 합성 시스템 (CEM 코포레이션에 의해 제조된 디스커버)을 사용하여 수행했다는 점에 유의한다. 수순 1의 합성 방법이 (g-1)에 나타나 있다.



[0468]

[0469] <수순 2: 5-(2,6-디메틸페닐)-2,3-비스(3,5-디메틸페닐)피라진 (약칭: Hdmdppr-dmp)의 합성>

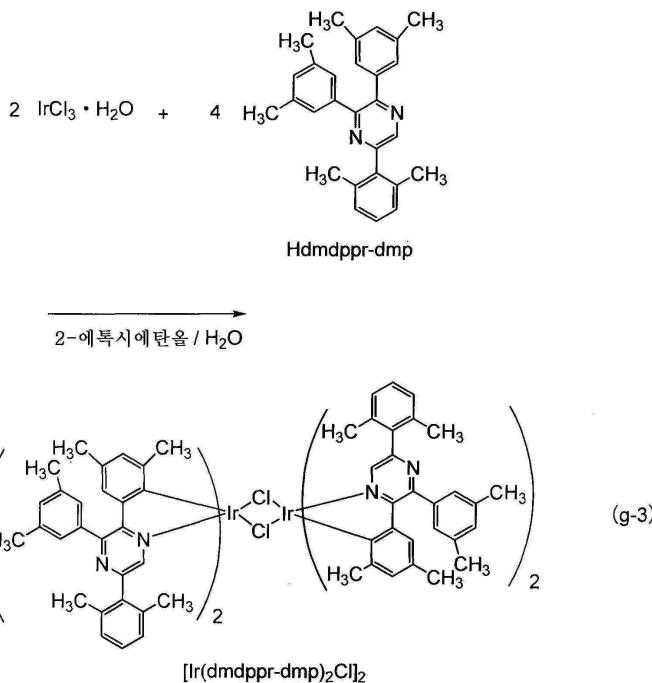
[0470] 우선, 2-브로모-m-크실렌 2.81 g 및 무수 THF 30 mL를 200 mL 들이 3목 플라스크에 넣고 플라스크 내의 공기를 질소로 교체하였다. 플라스크를 -78 °C로 냉각시킨 후에, n-부틸 리튬 (헥산 중 n-부틸 리튬의 1.6 M 용액) 9.4 mL를 적가하고, 혼합물을 -78 °C에서 1 시간 동안 교반하였다. 여기서, 수순 1에서 수득된 Hdmdppr (약칭) 4.01 g 및 무수 THF 40 mL를 첨가하고, 혼합물을 실온에서 16 시간 30 분 동안 교반하였다. 반응한 용액을 물에 끓고 용액을 클로로포름으로써 추출하였다. 수득된 유기 층을 물 및 포화 염수로써 세척하고, 황산마그네슘으로써 건조시켰다. 수득된 혼합물에 산화망간을 첨가하고 혼합물을 30 분 동안 교반하였다. 이어서, 용액을 여과하고 용매를 중류 제거하였다. 수득된 잔류물을, 전개 용매로서 1:1의 비의 디클로로메탄 및 헥산을 사용하는 실리카겔 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하여, 제조될 피라진 유도체인 Hdmdppr-dmp (약칭)를 황백색 분말로서 10 %의 수율로 수득하였다. 수순 2의 합성 방법이 (g-2)에 나타나 있다.



[0471]

[0472] <수순 3: 디- μ -클로로-테트라카이스{4,6-디메틸-2-[5-(2,6-디메틸페닐)-3-(3,5-디메틸페닐)-2-피라지닐- κN]페닐- κC }디이리듐(III) (약칭: $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2\text{Cl}]_2$)의 합성>

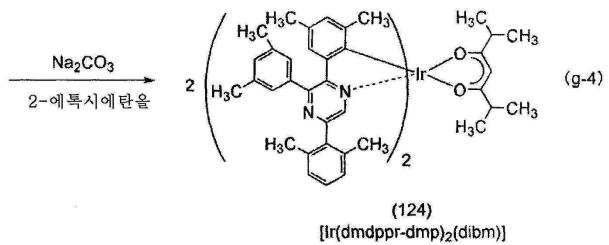
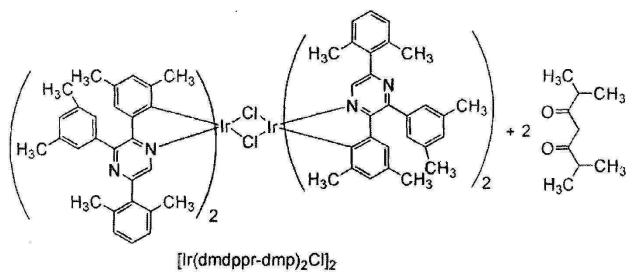
[0473] 이어서, 2-에톡시에탄을 15 mL, 물 5 mL, 수순 2에서 수득된 Hdmdppr-dmp (약칭) 1.12 g, 및 염화이리듐 수화물 ($\text{IrCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) (시그마-알드리치 코포레이션에 의해 제조됨) 0.39 g을, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 1 시간 동안 조사함으로써 반응을 초래하였다. 용매를 증류 제거하고, 이어서 수득된 잔류물을 흡인-여과하고 헥산으로써 세척하여, 이핵 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2\text{Cl}]_2$ (약칭)를 적갈색 분말로서 98 %의 수율로 수득하였다. 수순 3의 합성 방법이 (g-3)에 나타나 있다.



[0474]

[0475] <수순 4: 비스{4,6-디메틸-2-[5-(2,6-디메틸페닐)-3-(3,5-디메틸페닐)-2-피라지닐- κN]페닐- κC }(2,6-디메틸-3,5-헵탄디오나토- $\kappa^2 O, O'$)이리듐(III) (약칭: $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dibm})]$)의 합성>

[0476] 또한, 2-에톡시에탄을 30 mL, 수순 3에서 수득된 이핵 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2\text{Cl}]_2$ (약칭) 0.80 g, 디이소부티릴메탄 (약칭: Hdibm) 0.19 g, 및 탄산나트륨 0.42 g을, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 120 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 용매를 증류 제거하고, 수득된 잔류물을 디클로로메탄에 용해시키고, 셀라이트, 알루미나, 및 셀라이트가 이러한 순서대로 적층된 여과 보조제를 통해 여과하였다. 이어서 디클로로메탄과 메탄올의 혼합 용매를 사용하여 재결정화를 수행하여, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dibm})]$ (약칭)을 적색 분말로서 48 %의 수율로 수득하였다. 수순 4의 합성 방법이 (g-4)에 나타나 있다.



[0477]

[0478] 수순 4에서 수득된 적색 분말의 핵자기 공명 ($^1\text{H-NMR}$) 분광법에 의한 분석 결과가 하기에서 기술된다. 도 50은 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다. 이 결과를 통해, 구조식 (124)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기 금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dibm})]$ (약칭)이 합성 실시예 7에서 수득되었음을 알게 되었다.

$^1\text{H-NMR. } \delta(\text{CDCl}_3): 0.80$ (d, 6H), 0.81 (d, 6H), 1.47 (s, 6H), 1.95 (s, 6H), 2.10 (s, 12H), 2.23-2.28 (m, 2H), 2.34 (s, 12H), 5.19 (s, 1H), 6.48 (s, 2H), 6.81 (s, 2H), 7.06 (d, 4H), 7.11 (s, 2H), 7.16 (t, 2H), 7.40 (s, 4H), 8.22 (s, 2H).

[0479]

[0480] 이어서, $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dibm})]$ (약칭)의 디클로로메탄 용액의 자외선-가시광선 흡수 스펙트럼 (하기에서는 간단히 "흡수 스펙트럼"이라고 지칭됨) 및 그의 방출 스펙트럼을 측정하였다. 흡수 스펙트럼의 측정을 실온에서 수행하였고, 이를 위해 자외선-가시광선 분광광도계 (재팬 스펙트로스코피 코포레이션에 의해 제조된 V550 유형)를 사용하고 디클로로메탄 용액 (0.059 mmol/l)을 석영 셀에 넣었다. 또한, 방출 스펙트럼의 측정을 실온에서 수행하였고, 이를 위해 형광 분광광도계 (하마마쓰 포토닉스 주식회사에 의해 제조된 FS920)를 사용하고 탈기된 디클로로메탄 용액 (0.059 mmol/l)을 석영 셀에 넣었다. 수득된 흡수 및 방출 스펙트럼의 측정 결과는 도 51에 나타나 있고, 여기서 가로축은 파장을 나타내고 세로축은 흡수 세기 및 방출 세기를 나타낸다. 두 개의 실선이 존재하는 도 51에서, 얇은 선은 흡수 스펙트럼을 나타내고 두꺼운 선은 방출 스펙트럼을 나타낸다. 도 51에서 흡수 스펙트럼은, 디클로로메탄만을 석영 셀에 넣음으로써 측정한 흡수 스펙트럼을 디클로로메탄 용액 (0.059 mmol/l)을 석영 셀에 넣음으로써 측정한 흡수 스펙트럼으로부터 뺀으로써 수득한 결과라는 점에 유의한다.

[0481]

도 51에 나타난 바와 같이, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dibm})]$ (약칭)은 약 616 nm에서 방출 피크를 갖고, 디클로로메탄 용액으로부터 붉은 주황색 광 방출이 관찰되었다.

[0482]

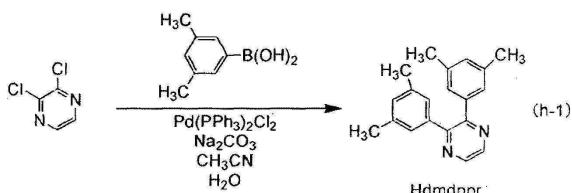
또한, $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dibm})]$ (약칭)의 중량 손실률을 고 진공 시차형 시차 열 저울 (브루커 악스 주식회사에 의해 제조된 TG/DTA 2410SA)을 사용하여 측정하였다. 온도를 1×10^{-3} Pa의 진공도에서 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 의 속도로 상승시켰다. 그 결과, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dibm})]$ (약칭)의 중량 손실률은 도 52에서 나타난 바와 같이 100 %인 것으로 밝혀졌고, 이는 상기 유기금속 착물의 유리한 승화 성질을 암시하였다.

[0483]

이어서, 본 실시예에서 수득된 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dibm})]$ (약칭)을 액체 크로마토그래피 질량 분석법 (LC/MS)을 사용하여 분석하였다.

- [0484] LC/MS에 의한 분석에서는, 액체 크로마토그래피 (LC) 분리를 아퀴티 UPLC (워터스 코포레이션에 의해 제조됨)를 사용하여 수행하고 질량 분석법 (MS) 분석을 Xevo G2 Tof MS (워터스 코포레이션에 의해 제조됨)를 사용하여 수행하였다. 아퀴티 UPLC BEH C8 ($2.1 \times 100 \text{ mm}$, $1.7 \mu\text{m}$)을 LC 분리를 위한 칼럼으로서 사용하였고, 칼럼 온도는 40°C 였다. 이동상 A에는 아세토니트릴을 사용하였고 이동상 B에는 0.1 % 포름산 수용액을 사용하였다. 또한, $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dibm})]$ (약칭)을 클로로포름에 특정 농도로 용해시키고 혼합물을 아세토니트릴로써 허석 함으로써 샘플을 제조하였다. 주입량은 $5.0 \mu\text{l}$ 였다.
- [0485] LC 분리에서는, 이동상의 조성을 변화시키는 구배 방법을 사용하였다. 이동상 A 대 이동상 B의 비는 측정 개시 후 0 내지 1 분 동안에 90:10이었고, 이어서 10 분째에 이동상 A 대 이동상 B의 비가 95:5이도록 조성을 변화시켰다. 조성을 선형적으로 변화시켰다.
- [0486] MS 분석에서는, 전기분무 이온화 (ESI) 방법을 사용하여 이온화를 수행하였다. 모세관 전압 및 샘플 콘 전압을 각각 3.0 kV 및 30 V 로 설정하였다. 감지를 포지티브 모드로 수행하였다. 측정을 위한 질량 범위는 $m/z = 100$ 내지 1200이었다.
- [0487] 상기 조건에서 분리 및 이온화되는 1131.52 의 m/z 를 갖는 성분을 충돌 셀에서 아르곤 기체와 충돌시켜 생성물 이온으로서 해리시킨다. 아르곤과의 충돌을 위한 에너지 (충돌 에너지)는 70 eV 였다. 비행시간 (TOF) MS에 의한 해리된 생성물 이온의 감지 결과는 도 53에 나타나 있다.
- [0488] 도 53의 결과를 통해, 구조식 (124)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dibm})]$ (약칭)의 생성물 이온은 주로 $m/z 973.39$, $m/z 959.36$, $m/z 581.16$, $m/z 555.15$, 및 $m/z 393.23$ 부근에서 감지되었다는 것을 알 수 있다. 도 53의 결과는 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dibm})]$ (약칭)으로부터 유래된 특성을 보여주며, 따라서 혼합물 내에 함유된 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dibm})]$ (약칭)을 식별하는 중요한 데이터로서 간주될 수 있다는 점에 유의한다.
- [0489] $m/z 973.38$ 부근의 생성물 이온은 구조식 (124)에 의해 나타내어지는 화합물로부터 아세틸아세톤 및 양성자가 제거된 상태의 양이온이라고 추정되고 이는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물의 특성이다. $m/z 959.36$ 부근의 생성물 이온은 $m/z 973.38$ 부근의 생성물 이온으로부터 메틸 기가 제거됨으로써 초래된다고 추정되며, 이는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dibm})]$ (약칭)이 메틸 기를 포함한다는 것을 암시한다.
- [0490] [실시예 12]
- [0491] <<합성 실시예 8>>
- [0492] 합성 실시예 8에서는, 실시형태 1에서 구조식 (125)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 비스{4,6-디메틸-2-[5-(2,6-디메틸페닐)-3-(3,5-디메틸페닐)-2-파라지닐- κN]페닐- κC (2,2',6,6'-테트라메틸-3,5-헵タン디오나토- $\kappa^2 O, O'$)이리듐(III) (약칭: $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dpm})]$)의 합성 방법이 기술된다. $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dpm})]$ (약칭)의 구조는 하기에 나타나 있다.
- (125)
[$\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dpm})$]
- [0493] <수순 1: 2,3-비스(3,5-디메틸페닐)파라진 (약칭: Hdmdppr)의 합성>
- [0494] 우선, 2,3-디클로로파라진 5.00 g , 3,5-디메틸페닐붕소산 10.23 g , 탄산나트륨 7.19 g , 비스(트리페닐포스핀)팔라듐(II) 디클로라이드 ($\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$) 0.29 g , 물 20 mL , 및 아세토니트릴 20 mL , 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이 반응 용기에 극초단파 (2.45 GHz , 100 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 여기서, 또한 3,5-디메틸페닐붕소산 2.55 g , 탄산나트륨 1.80 g ,

Pd(PPh₃)₂Cl₂ 0.070 g, 물 5 mL, 및 아세토니트릴 5 mL를 상기 플라스크에 넣고 다시 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 이어서, 이 용액에 물을 첨가하고, 유기 층을 디클로로메탄으로써 추출하였다. 수득된 유기 층을 탄산수소나트륨의 포화 수용액, 물, 및 포화 염수로써 세척하고, 황산마그네슘으로써 건조시켰다. 상기 건조 후에, 용액을 여과하였다. 이 용액의 용매를 중류 제거하고, 수득된 잔류물을, 전개 용매로서 5:1의 비의 헥산 및 에틸 아세테이트를 사용하는 플래쉬 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하였다. 용매를 중류 제거하고, 수득된 고체를, 전개 용매로서 10:1의 비의 디클로로메탄 및 에틸 아세테이트를 사용하는 플래쉬 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하여, 제조될 피라진 유도체인 Hdmddppr (약칭)을 백색 분말로서 44 %의 수율로 수득하였다. 극초단파의 조사를 극초단파 합성 시스템 (CEM 코포레이션에 의해 제조된 디스커버)을 사용하여 수행했다는 점에 유의한다. 수순 1의 합성 방법이 (h-1)에 나타나 있다.

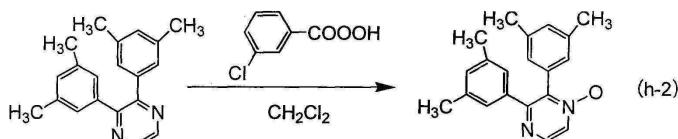


[0496]

<수순 2: 2,3-비스(3,5-디메틸페닐)피라진-1-옥시드의 합성>

[0498]

이어서, 수순 1에서 수득된 Hdmddppr (약칭) 6.6 g, 3-클로로페њ산 7.8 g, 및 디클로로메탄 90 mL를 300 mL들이 3목 플라스크에 넣고 플라스크 내의 공기를 질소로 교체하였다. 혼합물을 실온에서 24 시간 동안 교반하고, 이어서 반응한 용액을 물에 붓고, 용액을 디클로로메탄으로써 추출하였다. 수득된 유기 층을 탄산수소나트륨의 포화 수용액으로써 세척하고, 황산마그네슘으로써 건조시켰다. 상기 건조 후에, 용액을 여과하였다. 이 용액의 용매를 중류 제거함으로써, 제조될 피라진 유도체를 황색 분말로서 100 %의 수율로 수득하였다. 수순 2의 합성 방법이 (h-2)에 나타나 있다.

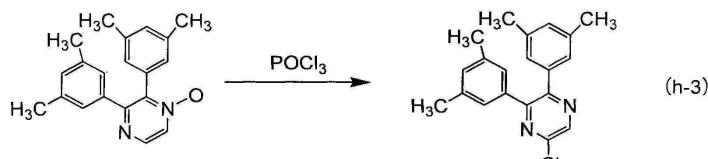


[0499]

<수순 3: 5-클로로-2,3-비스(3,5-디메틸페닐)피라진의 합성>

[0501]

이어서, 수순 2에서 수득된 2,3-비스(3,5-디메틸페닐)피라진-1-옥시드 7.0 g을 100 mL들이 3목 플라스크에 넣고 플라스크 내의 공기를 질소로 교체하였다. 여기서, 포스포릴 클로라이드 20 mL를 첨가하고 혼합물을 100 °C에서 1 시간 동안 교반하였다. 반응한 용액을 물에 붓고 용액을 클로로포름으로써 추출하였다. 수득된 유기 층을 탄산수소나트륨의 포화 수용액, 물, 및 포화 염수로써 세척하고, 황산마그네슘으로써 건조시켰다. 상기 건조 후에, 용액을 여과하였다. 이 용액의 용매를 중류 제거함으로써, 제조될 피라진 유도체를 회색 분말로서 90 %의 수율로 수득하였다. 수순 3의 합성 방법이 (h-3)에 나타나 있다.



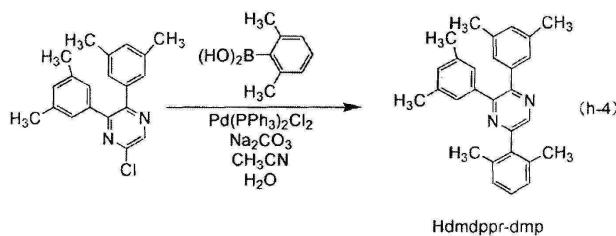
[0502]

<수순 4: 5-(2,6-디메틸페닐)-2,3-비스(3,5-디메틸페닐)피라진 (약칭: Hdmddppr-dmp)의 합성>

[0504]

이어서, 수순 3에서 수득된 5-클로로-2,3-비스(3,5-디메틸페닐)피라진 1.21 g, 2,6-디메틸페닐봉소산 1.10 g, 탄산나트륨 0.78 g, Pd(PPh₃)₂Cl₂ 15 mg, 물 14 mL, 및 아세토니트릴 14 mL를, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 상기 혼합물을 15 분 동안 아르곤으로써 밸포시켰다. 이 반응 용기에 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 3 시간 동안 조사하였다. 여기서, 또한 2,6-디메틸페닐봉소산 0.55 g, 탄산나트륨 0.39 g, 및 Pd(PPh₃)₂Cl₂ 7 mg를 상기 플라스크에 넣고, 상기 혼합물을 아르곤으로써 15 분 동안 밸포시켰다. 이 반응 용기에 다시 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 3 시간 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 혼합물을 흡인-여과하고 수득된 고체를 에

탄올로써 세척하였다. 수득된 고체를 디클로로메탄에 용해시키고, 셀라이트, 알루미나, 및 셀라이트가 이러한 순서대로 적층된 여과 보조제를 통해 여과하여, 제조될 피리미딘 유도체인 Hdmdppr-dmp (약칭)를 백색 분말로서 89 %의 수율로 수득하였다. 수순 4의 합성 방법이 (h-4)에 나타나 있다.

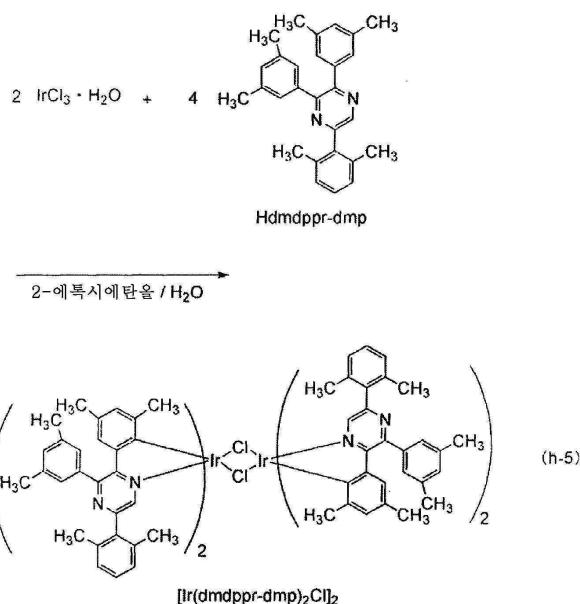


[0505]

<수순 5: 디- μ -클로로-테트라카이스{4,6-디메틸-2-[5-(2,6-디메틸페닐)-3-(3,5-디메틸페닐)-2-피라지닐-κN]페닐-κC}디이리듐(III) (약칭: [Ir(dmdppr-dmp)2Cl]2)의 합성>

[0507]

이어서, 2-에톡시에탄올 15 mL, 물 5 mL, 수순 4에서 수득된 Hdmdppr-dmp (약칭) 1.12 g, 및 염화이리듐 수화물 ($\text{IrCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) (시그마-알드리치 코포레이션에 의해 제조됨) 0.39 g을, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 1 시간 동안 조사함으로써 반응을 초래하였다. 용매를 중류 제거하고, 이어서 수득된 잔류물을 흡인-여과하고 헥산으로써 세척하여, 이핵 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2\text{Cl}]_2$ (약칭)를 적갈색 분말로서 98 %의 수율로 수득하였다. 수순 3의 합성 방법이 (h-5)에 나타나 있다.



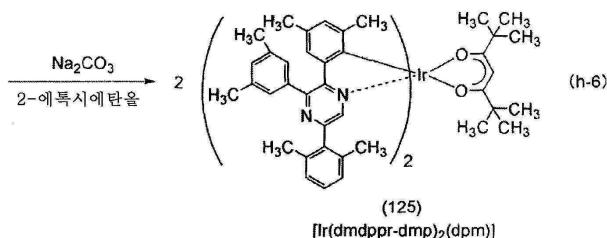
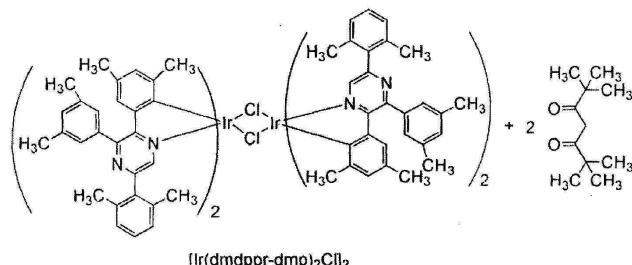
[0508]

[0509]

<수순 6: 비스{4,6-디메틸-2-[5-(2,6-디메틸페닐)-3-(3,5-디메틸페닐)-2-피라지닐-κN]페닐-κC}(2,2',6,6'-테트라메틸-3,5-헵坦디오나토-κ2O,O')이리듐(III) (약칭: [Ir(dmdppr-dmp)2(dpm)])의 합성>

[0510]

또한, 2-에톡시에탄올 30 mL, 수순 5에서 수득된 이핵 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2\text{Cl}]_2$ (약칭) 1.38 g, 디페발로일 메탄 (약칭: Hdpm) 0.39 g, 및 탄산나트륨 0.73 g을, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 120 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 용매를 중류 제거하고, 수득된 잔류물을 메탄올로써 흡인-여과하였다. 수득된 고체를 물 및 메탄올로써 세척하였다. 수득된 고체를 디클로로메탄에 용해시키고 셀라이트, 알루미나, 및 셀라이트가 이러한 순서대로 적층된 여과 보조제를 통해 여과하였다. 이어서 디클로로메탄과 메탄올의 혼합 용매를 사용하여 재결정화를 수행하여, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dpm})]$ (약칭)을 암적색 분말로서 59 %의 수율로 수득하였다. 수순 6의 합성 방법이 (h-6)에 나타나 있다.



[0511]

[0512] 수순 6에서 수득된 암적색 분말의 핵자기 공명 ($^1\text{H-NMR}$) 분광법에 의한 분석 결과가 하기에서 기술된다. 도 54는 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다. 이 결과를 통해, 구조식 (125)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dpm})]$ (약칭)이 합성 실시에 8에서 수득되었음을 알게 되었다.

$^1\text{H-NMR}$. $\delta(\text{CDCl}_3)$: 0.90 (s, 18H), 1.46 (s, 6H), 1.95 (s, 6H), 2.10 (s, 12H),

2.34 (s, 12H), 5.57 (s, 1H), 6.47 (s, 2H), 6.81 (s, 2H), 7.06 (d, 4H), 7.11 (s, 2H), 7.16 (t, 2H), 7.38 (s, 4H), 8.19 (s, 2H).

[0513]

[0514] 이어서, $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dpm})]$ (약칭)의 디클로로메탄 용액의 자외선-가시광선 흡수 스펙트럼 (하기에서는 간단히 "흡수 스펙트럼"이라고 지칭됨) 및 그의 방출 스펙트럼을 측정하였다. 흡수 스펙트럼의 측정을 실온에서 수행하였고, 이를 위해 자외선-가시광선 분광광도계 (재팬 스펙트로스코피 코포레이션에 의해 제조된 V550 유형)를 사용하고 디클로로메탄 용액 (0.058 mmol/l)을 석영 셀에 넣었다. 또한, 방출 스펙트럼의 측정을 실온에서 수행하였고, 이를 위해 형광 분광광도계 (하마마쓰 포토닉스 주식회사에 의해 제조된 FS920)를 사용하고 탈기된 디클로로메탄 용액 (0.058 mmol/l)을 석영 셀에 넣었다. 수득된 흡수 및 방출 스펙트럼의 측정 결과는 도 55에 나타나 있고, 여기서 가로축은 파장을 나타내고 세로축은 흡수 세기 및 방출 세기를 나타낸다. 두 개의 실선이 존재하는 도 55에서, 붉은 선은 흡수 스펙트럼을 나타내고 두꺼운 선은 방출 스펙트럼을 나타낸다. 도 55에서 흡수 스펙트럼은, 디클로로메탄만을 석영 셀에 넣음으로써 측정한 흡수 스펙트럼을 디클로로메탄 용액 (0.058 mmol/l)을 석영 셀에 넣음으로써 측정한 흡수 스펙트럼으로부터 뺀으로써 수득한 결과라는 점에 유의한다.

[0515]

도 55에 나타난 바와 같이, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dpm})]$ (약칭)은 약 618 nm에서 방출 피크를 갖고, 디클로로메탄 용액으로부터 붉은 주황색 광 방출이 관찰되었다.

[0516]

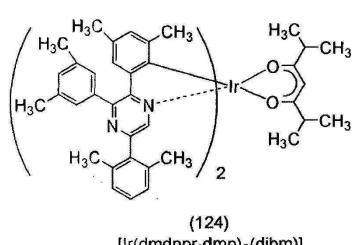
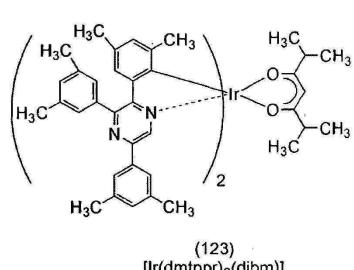
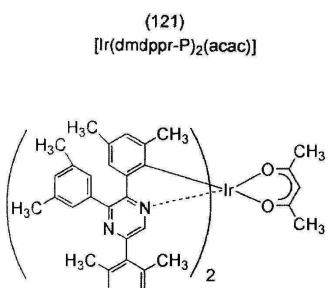
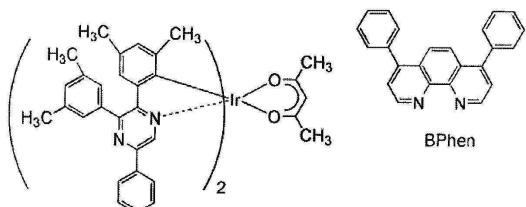
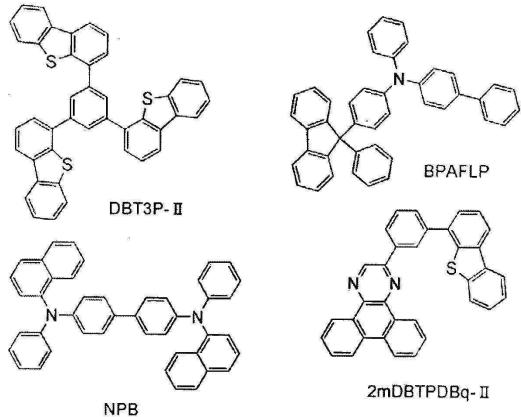
또한, $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dpm})]$ (약칭)의 중량 손실률을 고 진공 시차형 시차 열 저울 (브루커 악스 주식회사에 의해 제조된 TG/DTA 2410SA)을 사용하여 측정하였다. 온도를 1×10^{-3} Pa의 진공도에서 $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 의 속도로 상승시켰다. 그 결과, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dpm})]$ (약칭)의 중량 손실률은 도 56에서 나타난 바와 같이 97 %인 것으로 밝혀졌고, 이는 상기 유기금속 착물의 유리한 승화 성질을 암시하였다.

[0517]

[실시예 13]

[0518] 본 실시예에서는, 발광층에 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물이 각각 사용된 하기 발광 소자들이 기술될 것이다: 구조식 (121)에 의해 나타내어진 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-P})_2(\text{acac})]$ (약칭)가 사용된 발광 소자 4; 구조식 (122)에

의해 나타내어진 $[\text{Ir}(\text{dmddppr-dmp})_2(\text{acac})]$ (약칭)가 사용된 발광 소자 5; 구조식 (123)에 의해 나타내어진 $[\text{Ir}(\text{dmtppr})_2(\text{dibm})]$ (약칭)이 사용된 발광 소자 6; 및 구조식 (124)에 의해 나타내어진 $[\text{Ir}(\text{dmddppr-dmp})_2(\text{dibm})]$ (약칭)이 사용된 발광 소자 7. 본 실시예에서 발광 소자 4 내지 7에 대한 설명에서는, 실시예 4에서 발광 소자 1에 대한 설명에서 사용된 도 15가 참조된다는 점에 유의한다. 본 실시예에서 사용되는 재료의 화학식은 하기에 나타나 있다.



[0519]

[0520]

<<발광 소자 4 내지 7의 제조>>

- [0522] 우선, 산화실리콘을 함유하는 인듐 주석 산화물 (ITSO)을 스퍼터링 방법을 통해 유리 기판 (1100) 위에 증착시켜 양극으로서 기능하는 제1 전극 (1101)을 형성하였다. 두께는 110 nm였고 전극 면적은 $2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ 였다.
- [0523] 이어서, 발광 소자를 기판 (1100) 위에 형성하기 위한 전처리로서, 기판의 표면을 물로써 세척하고 200 °C에서 1 시간 동안 소성시킨 후에 UV 오존 처리를 370 초 동안 수행하였다.
- [0524] 이어서, 기판을 압력이 약 10^{-4} Pa까지 감소된 진공 증발 장치로 옮기고, 진공 증발 장치의 가열실에서 170 °C에서 30 분 동안 진공 소성시키고, 이어서 상기 기판 (1100)을 약 30 분 동안 냉각시켰다.
- [0525] 이어서, 제1 전극 (1101)이 형성되어 있는 기판 (1100)의 표면이 아래쪽이 되도록 기판 (1100)을 진공 증발 장치 내에 제공된 홀더에 고정하였다. 본 실시예에서는, EL 층 (1102) 내에 포함된, 정공-주입층 (1111), 정공-수송층 (1112), 발광층 (1113), 전자-수송층 (1114), 및 전자-주입층 (1115)을 순차적으로 진공 증발 방법을 통해 형성하는 경우가 기술될 것이다.
- [0526] 진공 증발 장치의 압력을 10^{-4} Pa로 감소시킨 후, 1,3,5-트리(디벤조티오펜-4-일)벤젠 (약칭: DBT3P-II)과 산화몰리브덴(VI)을 DBT3P-II (약칭) 대 산화몰리브덴의 질량비가 4:2가 되도록 공-증발시킴으로써 정공-주입층 (1111)을 제1 전극 (1101) 위에 형성하였다. 정공-주입층 (1111)의 두께는 20 nm였다. 공-증발은 몇몇 상이한 물질들을 몇몇 상이한 증발원으로부터 동시에 증발시키는 증발 방법이라는 점에 유의한다.
- [0527] 이어서, 4-페닐-4'-(9-페닐플루오렌-9-일)트리페닐아민 (약칭: BPAFLP)을 20 nm의 두께로 증발시킴으로써 증착시켜 정공-수송층 (1112)을 형성하였다.
- [0528] 이어서, 발광층 (1113)을 하기 방식으로 정공-수송층 (1112) 위에 형성하였다: 발광 소자 4의 경우에, 2mDBTPDBq-II (약칭), NPB (약칭), 및 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-P})_2(\text{acac})]$ (약칭)를, 2mDBTPDBq-II (약칭) 대 NPB (약칭) 대 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-P})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 질량비가 0.8:0.2:0.05가 되도록 공-증발시켰다. 발광층 (1113)의 두께는 40 nm였다. 발광 소자 5의 경우에, 2mDBTPDBq-II (약칭), NPB (약칭), 및 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{acac})]$ (약칭)를, 2mDBTPDBq-II (약칭) 대 NPB (약칭) 대 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 질량비가 0.8:0.2:0.05가 되도록 공-증발시켰다. 발광층 (1113)의 두께는 40 nm였다. 발광 소자 6의 경우에, 2mDBTPDBq-II (약칭), NPB (약칭), 및 $[\text{Ir}(\text{dmtppr})_2(\text{dibm})]$ (약칭)을, 2mDBTPDBq-II (약칭) 대 NPB (약칭) 대 $[\text{Ir}(\text{dmtppr})_2(\text{dibm})]$ (약칭)의 질량비가 0.8:0.2:0.05가 되도록 공-증발시켰다. 발광층 (1113)의 두께는 40 nm였다. 발광 소자 7의 경우에, 2mDBTPDBq-II (약칭), NPB (약칭), 및 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dibm})]$ (약칭)을, 2mDBTPDBq-II (약칭) 대 NPB (약칭) 대 $[\text{Ir}(\text{dmdppr-dmp})_2(\text{dibm})]$ (약칭)의 질량비가 0.8:0.2:0.05가 되도록 공-증발시켰다. 발광층 (1113)의 두께는 40 nm였다.
- [0529] 이어서, 발광층 (1113) 위에, 2mDBTPDBq-II (약칭)을 20 nm의 두께로 증발시킴으로써 증착시키고, 이어서 바토페난트롤린 (약칭: BPhen)을 20 nm의 두께로 증발시킴으로써 증착시켜, 적층된 구조를 갖는 전자-수송층 (1114)을 형성하였다. 또한, 플루오르화 리튬을 전자-수송층 (1114) 위에 1 nm의 두께로 증발시킴으로써 증착시켜, 전자-주입층 (1115)을 형성하였다.
- [0530] 마지막으로, 알루미늄을 전자-주입층 (1115) 위에 200 nm의 두께로 증발시킴으로써 증착시켜 음극으로서 작용하는 제2 전극 (1103)을 형성하여 발광 소자 4 내지 7을 수득하였다. 상기 모든 증발 수순에서, 증발을 저항-가열 방법을 사용하여 수행했다는 점에 유의한다.
- [0531] 상기에서 기술된 바와 같이 수득된 발광 소자 4 내지 7의 소자 구조가 표 8에 나타나 있다.

표 8

[0532]

	제1 전극	정공-주입층	정공-수송층	발광층	전자-수송층	전자-주입층	제2 전극
발광 소자 4	ITS0 (110 nm)	DBT3P-II:MoO _x (4:2 20 nm)	BPAFLP (20 nm)	*	2mDBTPDBq-II (20 nm)	BPhen (20 nm)	LiF (1 nm)
발광 소자 5				**			
발광 소자 6				***			
발광 소자 7				****			

[0533]

* 2mDBTPDBq-II:NPB:[Ir(dmdppr-P)₂(acac)] (0.8:0.2:0.05 40 nm)

[0534]

** 2mDBTPDBq-II:NPB:[Ir(dmdppr-dmp)₂(acac)] (0.8:0.2:0.05 40 nm)

[0535]

*** 2mDBTPDBq-II:NPB:[Ir(dmtppr)₂(dibm)] (0.8:0.2:0.05 40 nm)

[0536]

**** 2mDBTPDBq-II:NPB:[Ir(dmdppr-dmp)₂(dibm)] (0.8:0.2:0.05 40 nm)

[0537]

또한, 제조된 발광 소자 4 내지 7을 공기에 노출되지 않도록 질소 분위기의 글로브 박스 내에서 밀봉하였다 (구체적으로는, 실런트를 소자의 외부 가장자리에 적용하고 밀봉 시에 80 °C에서 1 시간 동안 열처리를 수행하였음).

[0538]

<<발광 소자 4 내지 7의 동작 특성>>

[0539]

제조된 발광 소자 4 내지 7의 동작 특성을 측정하였다. 측정을 실온에서 (온도가 25 °C로 유지된 분위기에서) 수행했다는 점에 유의한다.

[0540]

도 57은 발광 소자 4 내지 7의 전류 밀도-휘도 특성을 나타낸다. 도 57에서, 세로축은 휘도 (cd/m²)를 나타내고 가로축은 전류 밀도 (mA/cm²)를 나타낸다. 도 58은 발광 소자 4 내지 7의 전압-휘도 특성을 나타낸다. 도 58에서, 세로축은 휘도 (cd/m²)를 나타내고 가로축은 전압 (V)을 나타낸다. 또한, 도 59는 발광 소자 4 내지 7의 휘도-전류 효율 특성을 나타낸다. 도 59에서, 세로축은 전류 효율 (cd/A)을 나타내고 가로축은 휘도 (cd/m²)를 나타낸다. 도 60은 발광 소자 4 내지 7의 전압-전류 특성을 나타낸다. 도 60에서, 세로축은 전류 (mA)를 나타내고 가로축은 전압 (V)을 나타낸다.

[0541]

도 59는 본 발명의 실시형태인 유기금속 착물인, 구조식 (121)에 의해 나타내어진 [Ir(dmdppr-P)₂(acac)] (약칭), 구조식 (122)에 의해 나타내어진 [Ir(dmdppr-dmp)₂(acac)] (약칭), 구조식 (123)에 의해 나타내어진 [Ir(dmtppr)₂(dibm)] (약칭), 및 구조식 (124)에 의해 나타내어진 [Ir(dmdppr-dmp)₂(dibm)] (약칭)을 발광층의 일부에 각각 포함하는 발광 소자 4 내지 7의 높은 효율을 보여준다. 표 9에는 약 1000 cd/m²의 휘도에서 발광 소자 4 내지 7의 주요 특성의 최초 값이 나타나 있다.

표 9

[0542]

	전압 (V)	전류 (mA)	전류 밀도 (mA/cm ²)	색도 (x,y)	휘도 (cd/m ²)	전류 효율 (cd/A)	전력 효율 (lm/W)	양자 효율 (%)
발광 소자 4	3.9	0.22	5.5	(0.68, 0.32)	1100	20	16	25
발광 소자 5	3.3	0.1	2.5	(0.66, 0.34)	1000	40	38	29
발광 소자 6	3.3	0.19	4.8	(0.68, 0.32)	920	19	18	23
발광 소자 7	3.3	0.088	2.2	(0.66, 0.34)	850	38	37	27

[0543] 상기 결과를 통해, 본 실시예에서 제조된 발광 소자 4 내지 7은 높은 전류 효율을 갖는 높은 휘도의 발광 소자라는 것을 알 수 있다. 더욱이, 색 순도에 관해서는, 발광 소자는 탁월한 색 순도를 갖는 붉은 주황색 광을 방출한다는 것을 알 수 있다.

[0544] 도 61에는 전류를 2.5 mA/cm^2 의 전류 밀도로 발광 소자 4 내지 7에 공급했을 때의 방출 스펙트럼이 나타나 있다. 도 61에 나타난 바와 같이, 발광 소자 5 및 7의 방출 스펙트럼은 각각 약 617 nm 에서 피크를 갖고, 발광 소자 4 및 6의 방출 스펙트럼은 각각 약 630 nm 에서 피크를 갖는다. 따라서 상기 피크가 각각 발광 소자 내에 포함된 유기금속 착물의 방출로부터 유래된다는 것이 암시된다. 또한, 발광 소자 4 내지 7의 방출 스펙트럼의 반폭은 작다는 것이 관찰되었다. 이는 이리듐에 결합된 페닐 기의 2번 위치 및 4번 위치에 메틸 기가 결합된, 본 실시예에서 사용된 각각의 유기금속 착물의 구조에 의해 초래된 효과인 것으로 추정할 수 있다. 따라서, 발광 소자 4 내지 7은 높은 방출 효율을 갖고 높은 색 순도를 달성한다고 말할 수 있다.

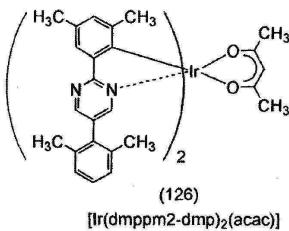
[0545] 발광 소자 4 내지 7을 신뢰성 시험에 적용하였다. 신뢰성 시험의 결과가 도 62 및 도 63에 나타나 있다. 도 62에서, 세로축은 최초 휘도를 100 %로 했을 때의 표준화 휘도 (%)를 나타내며 가로축은 소자의 구동 시간 (h)을 나타낸다. 한 신뢰성 시험에서, 발광 소자 4 내지 7은 최초 휘도가 5000 cd/m^2 로 설정되고 전류 밀도가 일정한 조건에서 구동되었다는 점에 유의한다. 그 결과, 발광 소자 4는 100 시간이 경과한 후에 최초 휘도의 약 60 %를 유지하였고; 발광 소자 5는 38 시간이 경과한 후에 최초 휘도의 약 88 %를 유지하였고; 발광 소자 6은 40 시간이 경과한 후에 최초 휘도의 약 80 %를 유지하였고; 발광 소자 7은 39 시간이 경과한 후에 최초 휘도의 약 86 %를 유지하였다. 또한, 도 63에서, 세로축은 최초 휘도를 100 %로 했을 때의 표준화 휘도 (%)를 나타내며 가로축은 소자의 구동 시간 (h)을 나타낸다. 다른 신뢰성 시험에서, 발광 소자 4 내지 7은 0.3 mA 의 전류 값에서 구동되었다는 점에 유의한다. 그 결과, 발광 소자 4는 100 시간이 경과한 후에 최초 휘도의 약 86 %를 유지하고; 발광 소자 5는 100 시간이 경과한 후에 최초 휘도의 약 91 %를 유지하고; 발광 소자 6은 100 시간이 경과한 후에 최초 휘도의 약 90 %를 유지하고; 발광 소자 7은 100 시간이 경과한 후에 최초 휘도의 약 86 %를 유지하였다.

[0546] 따라서, 상이한 조건에서 수행된 두 가지 신뢰성 시험을 통해, 발광 소자 4 내지 7은 신뢰성이 높다는 것을 알 수 있다. 또한, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물을 사용함으로써, 긴 수명을 갖는 발광 소자를 수득할 수 있다는 것을 확인하였다.

[0547] [실시예 14]

[0548] <<합성 실시예 9>>

[0549] 합성 실시예 9에서는, 실시형태 1에서 구조식 (126)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 비스{4,6-디메틸-2-[5-(2,6-디메틸페닐)-2-페리미디닐- κN]페닐- κC }(2,4-펜탄디오나토- $\kappa^2 O, O'$)이리듐(III) (약칭: $[\text{Ir}(\text{dmppm2-dmp})_2(\text{acac})]$)의 합성 방법이 기술된다. $[\text{Ir}(\text{dmppm2-dmp})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 구조는 하기에 나타나 있다.



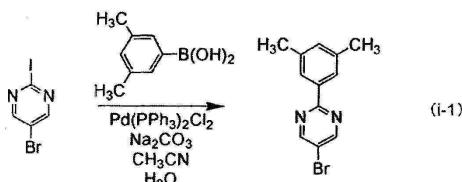
[0550]

[0551] <수순 1: 5-브로모-2-(3,5-디메틸페닐)페리미딘의 합성>

[0552] 우선, 5-브로모-2-아이오도페리미딘 2.97 g, 3,5-디메틸페닐붕소산 1.62 g, 탄산나트륨 1.21 g, 비스(트리페닐포스핀)팔라듐(II) 디클로라이드 $(\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2)$ 0.093 g, 물 20 mL, 및 아세토니트릴 20 mL를, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 상기 혼합물을 15 분 동안 아르곤으로써 발포시켰다. 이 반응 용기에 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 1 시간 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 여기서, 또한 3,5-디메틸페닐붕소산 0.40 g, 탄산나트륨 0.30 g, 및 $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$ 0.024 g을 상기 플라스크에 넣고, 상기 혼합물을 아르곤으로써 15 분 동안 발포시켰다. 이 반응 용기에 다시 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 1 시간 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다.

[0553]

이어서, 이 용액에 물을 첨가하고 유기 층을 디클로로메탄으로써 추출하였다. 수득된 유기 층을 물 및 포화 염수로써 세척하고, 황산마그네슘으로써 건조시켰다. 상기 건조 후에, 용액을 여과하였다. 이 용액의 용매를 중류 제거하고, 수득된 잔류물을, 전개 용매로서 5:1의 비의 헥산 및 에틸 아세테이트를 사용하는 플래쉬 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하였다. 분획을 농축시킴으로써 수득한 고체를, 전개 용매로서 1:1의 비의 디클로로메탄 및 헥산을 사용하는 플래쉬 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하여, 제조될 피리미딘 유도체를 백색 분말로서 33 %의 수율로 수득하였다. 극초단파의 조사를 극초단파 합성 시스템 (CEM 코포레이션에 의해 제조된 디스커버)을 사용하여 수행했다는 점에 유의한다. 수순 1의 합성 방법이 (i-1)에 나타나 있다.

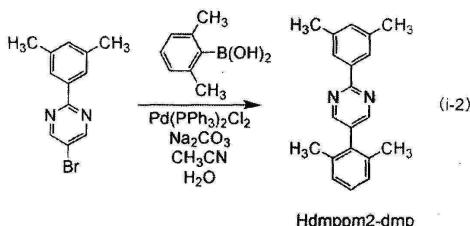


[0554]

<수순 2: 5-(2,6-디메틸페닐)-2-(3,5-디메틸페닐)피리미딘 (약칭: Hdmppm2-dmp의 합성>

[0556]

이어서, 5-브로모-2-(3,5-디메틸페닐)피리미딘 0.91 g, 2,6-디메틸페닐붕소산 1.05 g, 탄산나트륨 0.74 g, 비스(트리페닐포스핀)팔라듐(II) 디클로라이드 ($Pd(PPh_3)_2Cl_2$) 0.029 g, 물 13 mL, 및 아세토니트릴 13 mL를, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 상기 혼합물을 15 분 동안 아르곤으로써 밤포시켰다. 이 반응 용기에 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 4 시간 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 여기서, 또한 2,6-디메틸페닐붕소산 1.07 g, 탄산나트륨 0.73 g, 및 $Pd(PPh_3)_2Cl_2$ 0.029 g을 상기 플라스크에 넣고, 상기 혼합물을 아르곤으로써 15 분 동안 밤포시켰다. 이 반응 용기에 다시 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 3 시간 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 이어서, 수득된 혼합물을 물로써 흡인-여과하였다. 수득된 고체를, 전개 용매로서 1:1의 비의 톨루엔 및 헥산을 사용하는 플래쉬 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하여, 제조될 피리미딘 유도체인 Hdmppm2-dmp (약칭)를 백색 분말로서 83 %의 수율로 수득하였다. 수순 2의 합성 방법이 (i-2)에 나타나 있다.

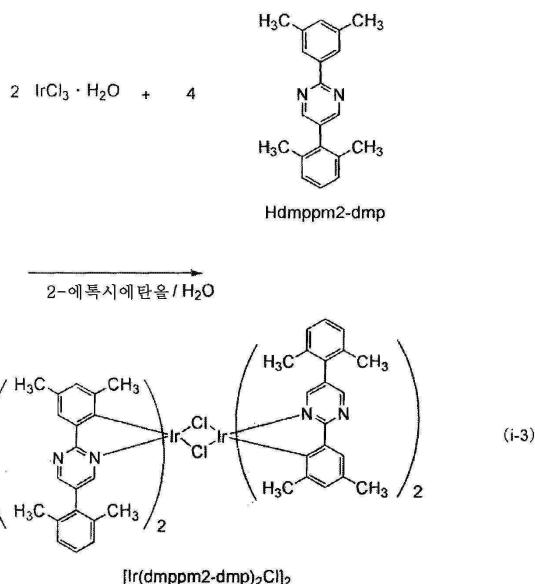


[0557]

<수순 3: 디- μ -클로로-테트라카이스{4,6-디메틸-2-[5-(2,6-디메틸페닐)-2-피리미디닐- κN]페닐- κC }디이리듐 (III) (약칭: $[Ir(dmppm2-dmp)_2Cl]_2$)의 합성>

[0559]

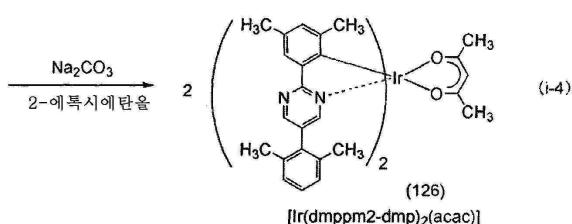
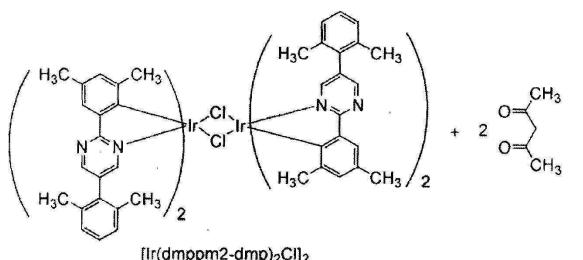
이어서, 2-에톡시에탄올 15 mL, 물 5 mL, 수순 2에서 수득된 Hdmppm2-dmp (약칭) 0.83 g, 및 염화이리듐 수화물 ($IrCl_3 \cdot H_2O$) (시그마-알드리치 코포레이션에 의해 제조됨) 0.39 g을, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 1 시간 동안 조사함으로써 반응이 수행되게 하였다. 용매를 중류 제거하고, 이어서 수득된 잔류물을 흡인-여과하고, 헥산으로써 세척하여, 이핵 착물인 $[Ir(dmppm2-dmp)_2Cl]_2$ (약칭)을 갈색 분말로서 91 %의 수율로 수득하였다. 수순 3의 합성 방법이 (i-3)에 나타나 있다.



[0560]

[0561] <수순 4: 비스{4,6-디메틸-2-[5-(2,6-디메틸페닐)-2-파리미디닐- κN]페닐- κC }(2,4-펜탄디오나토- $\kappa^2 O, O'$)이리듐(III) (약칭: $[\text{Ir}(\text{dmppm2-dmp})_2(\text{acac})]$)의 합성>

[0562] 이어서, 2-에톡시에탄올 30 mL, 수순 3에서 수득된 이핵 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmppm2-dmp})_2\text{Cl}]_2$ (약칭) 0.95 g, 아세틸아세톤 (약칭: Hacac) 0.18 g, 및 탄산나트륨 0.63 g을, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz 120 W)를 60 분 동안 조사하였다. 여기서, Hacac 0.18 g을 첨가하고, 다시 극초단파 (2.45 GHz 200 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 용매를 중류 제거하고, 수득된 잔류물을 메탄올로 써 흡인-여과하였다. 수득된 고체를 물 및 메탄올로 써 세척하였다. 수득된 고체를, 전개 용매로서 5:1의 비의 헥산 및 에틸 아세테이트를 사용하는 플래쉬 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하고 디클로로메탄과 메탄올의 혼합 용매를 사용하여 재결정화를 수행하여, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmppm2-dmp})_2(\text{acac})]$ (약칭)를 노란 주황색 분말로서 14 %의 수율로 수득하였다. 수순 4의 합성 방법이 (i-4)에 나타나 있다.



[0563]

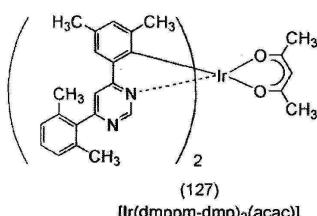
[0564] 수순 4에서 수득된 노란 주황색 분말의 핵자기 공명 ($^1\text{H-NMR}$) 분광법에 의한 분석 결과가 하기에서 기술된다. 도 64는 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다. 이 결과를 통해, 구조식 (126)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmppm2-dmp})_2(\text{acac})]$ (약칭)가 합성 실시예 9에서 수득되었음을 알게 되었다.

[0565] $^1\text{H-NMR}$. $\delta(\text{CDCl}_3)$: 1.58 (s, 6H), 1.62 (s, 6H), 2.03 (s, 6H), 2.15 (s, 6H), 2.28 (s, 6H), 5.17 (s, 1H), 6.63 (d, 2H), 7.15 (t, 4H), 7.24 (t, 2H), 7.81 (d, 2H), 8.39 (d, 2H), 8.53 (d, 2H).

[0566] [실시예 15]

[0567] <<합성 실시예 10>>

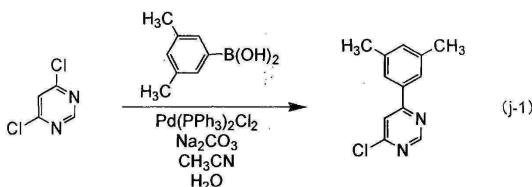
[0568] 합성 실시예 10에서는, 실시형태 1에서 구조식 (127)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속착물인 비스{4,6-디메틸-2-[6-(2,6-디메틸페닐)-4-페리미디닐- $\kappa N3$]페닐- $\kappa C\}(2,4-펜탄디오나토- $\kappa^2 O, O'$)이리듐(III) (약칭: $[\text{Ir}(\text{dmppm-dmp})_2(\text{acac})]$)의 합성 방법이 기술된다. $[\text{Ir}(\text{dmppm-dmp})_2(\text{acac})]$ (약칭)의 구조는 하기에 나타나 있다.$



[0569] <수순 1: 4-클로로-6-(3,5-디메틸페닐)페리미딘의 합성>

[0570] 우선, 4,6-디클로로페리미딘 5.05 g, 3,5-디메틸페닐붕소산 5.08 g, 탄산나트륨 3.57 g, 비스(트리페닐포스핀)팔라듐(II) 디클로라이드 ($\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$) 0.14 g, 아세토니트릴 20 mL, 및 물 20 mL를, 환류관이 장착된 등근바닥 플라스크에 넣고, 상기 혼합물을 15 분 동안 아르곤으로써 밤포시켰다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 1 시간 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 상기 가열 후에, 3,5-디메틸페닐붕소산 2.54 g, 탄산나트륨 1.79 g, 및 $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$ 0.066 g을 첨가하고, 혼합물을 아르곤으로써 15 분 동안 밤포시켰다.

[0571] 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 1 시간 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 상기 가열 후에, 3,5-디메틸페닐붕소산 1.27 g 및 $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$ 0.091 g을 첨가하고, 혼합물을 아르곤으로써 15 분 동안 밤포시켰다. 또한, 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 1 시간 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 유기 층을 디클로로메탄으로써 추출하고, 추출물의 용액을 물 및 포화 염수로써 세척하고 황산마그네슘으로써 건조시켰다. 상기 건조 후에, 용액을 여과하였다. 이 용액의 용매를 증류 제거하고, 이어서 수득된 잔류물을, 전개 용매로서 디클로로메탄을 사용하는 실리카겔 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하여, 제조될 페리미딘 유도체를 황색 결정으로서 31%의 수율로 수득하였다. 극초단파의 조사를 극초단파 합성 시스템 (CEM 코포레이션에 의해 제조된 디스커버)을 사용하여 수행했다는 점에 유의한다. 수순 1의 합성 방법이 (j-1)에 나타나 있다.



[0573]

[0574] <수순 2: 6-(2,6-디메틸페닐)-4-(3,5-디메틸페닐)페리미딘 (약칭: Hdmpm-dmp)의 합성>

[0575] 이어서, 수순 1에서 수득된 4-클로로-6-(3,5-디메틸페닐)페리미딘 1.18 g, 2,6-디메틸페닐붕소산 0.754 g, 탄산나트륨 0.535 g, 비스(트리페닐포스핀)팔라듐(II) 디클로라이드 ($\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$) 0.036 g, 아세토니트릴 10 mL, 및 물 10 mL를, 환류관이 장착된 등근바닥 플라스크에 넣고, 상기 혼합물을 15 분 동안 아르곤으로써 밤포시켰다. 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 1 시간 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 또한, 2,6-디메틸페닐붕소산 0.380 g, 탄산나트륨 0.268 g, 및 $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$ 0.020 g을 첨가하고, 상기 혼합물을 아르곤으로써 15 분 동안 밤포시켰다.

[0576]

이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 3 시간 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 이어서, 2,6-디메틸페닐봉소산 0.404 g, 탄산나트륨 0.277 g, 및 $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$ 0.019 g을 첨가하고, 상기 혼합물을 아르곤으로써 15 분 동안 발포시켰다. 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 3 시간 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 또한, 아세토니트릴 10 mL 및 물 10 mL를 첨가하고 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 3 시간 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 유기 층을 디클로로메탄으로써 추출하고, 추출물의 용액을 물 및 포화 염수로써 세척하고 황산마그네슘으로써 건조시켰다. 상기 건조 후에, 용액을 여과하였다. 이 용액의 용매를 중류 제거하여 잔류물을 수득하였다.

[0577]

마찬가지로, 수순 1에서 수득된 4-클로로-6-(3,5-디메틸페닐)페리미딘 1.13 g, 2,6-디메틸페닐봉소산 0.802 g, 탄산나트륨 0.548 g, $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$ 0.040 g, 아세토니트릴 20 mL, 및 물 20 mL를, 환류관이 장착된 등근바닥 플라스크에 넣고, 상기 혼합물을 15 분 동안 아르곤으로써 발포시켰다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 2 시간 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 또한, 2,6-디메틸페닐봉소산 0.408 g, 탄산나트륨 0.288 g, 및 $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$ 0.021 g을 첨가하고, 상기 혼합물을 아르곤으로써 15 분 동안 발포시켰다.

[0578]

이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 4 시간 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 또한, 아세토니트릴 7 mL, 2,6-디메틸페닐봉소산 0.214 g, 탄산나트륨 0.273 g, 및 $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$ 0.020 g을 첨가하고, 상기 혼합물을 아르곤으로써 15 분 동안 발포시켰다. 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 2 시간 30 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 유기 층을 디클로로메탄으로써 추출하고, 추출물의 용액을 물 및 포화 염수로써 세척하고 황산마그네슘으로써 건조시켰다. 상기 건조 후에, 용액을 여과하였다. 이 용액의 용매를 중류 제거하여 잔류물을 수득하였다.

[0579]

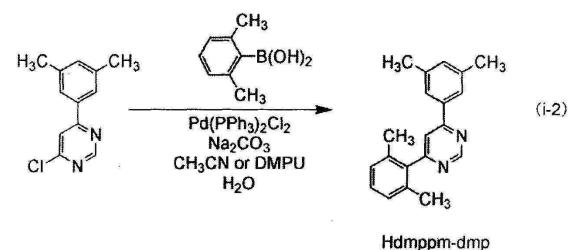
수득된 두 가지의 잔류물을 전개 용매로서 디클로로메탄을 사용하는 실리카겔 칼럼 크로마토그래피를 사용하여 정제하였다. 분획을 농축시킴으로써 수득한 잔류물을 디클로로메탄에 용해시키고, 셀라이트, 알루미나, 및 셀라이트가 이러한 순서대로 적층된 여과 보조제를 통해 여과함으로써, 조질 결정 (황색) 0.3 g을 수득하였다.

[0580]

이어서, 상기 실리카겔 칼럼 크로마토그래피에 의해 수득된 4-클로로-6-(3,5-디메틸페닐)페리미딘 1.10 g, 2,6-디메틸페닐봉소산 0.753 g, 탄산나트륨 0.534 g, $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$ 0.038 g, 1,3-디메틸-3,4,5,6-테트라하이드로-2(1H)페리미디온 (약칭: DMPU) 20 mL, 및 물 20 mL를, 환류관이 장착된 등근바닥 플라스크에 넣고, 혼합물을 아르곤으로써 15 분 동안 발포시켰다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 1 시간 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 또한, 2,6-디메틸페닐봉소산 0.376 g, 탄산나트륨 0.269 g, 및 $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$ 0.011 g을 첨가하고, 혼합물을 아르곤으로써 15 분 동안 발포시켰다.

[0581]

이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 2 시간 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 유기 층을 디클로로메탄으로써 추출하고, 추출물의 용액을 물 및 포화 염수로써 세척하고 황산마그네슘으로써 건조시켰다. 상기 건조 후에, 용액을 여과하였다. 이 용액의 용매를 중류 제거하여 잔류물을 수득하였다. 이 잔류물과 황색 조질 (crude) 결정을 합하고 전개 용매로서 디클로로메탄 및 에틸 아세테이트를 사용하는 실리카겔 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하여, 제조될 페리미딘 유도체인 Hdmppm-dmp (약칭)를 기름기 있는 황색 물질로서 34 %의 수율로 수득하였다. 수순 2의 합성 방법이 (j-2)에 나타나 있다.



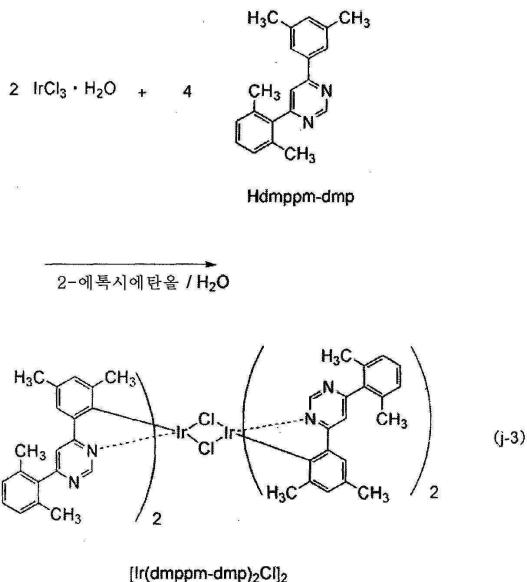
[0582]

<수순 3: 디- μ -클로로-테트라카스(4,6-디메틸-2-[6-(2,6-디메틸페닐)-4-페리미디닐- κ N3]-페닐- κ C)디이리듐 (III) (약칭: $[\text{Ir}(\text{dmppm-dmp})_2\text{Cl}]_2$)의 합성>

[0584]

이어서, 2-에톡시에탄올 30 mL, 물 10 mL, 수순 2에서 수득된 Hdmppm-dmp (약칭) 1.00 g, 및 염화이리듐 수화물 ($\text{IrCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) (시그마-알드리치 코포레이션에 의해 제조됨) 0.568 g을, 환류관이 장착된 등근바닥 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 1 시간 동안 조사함

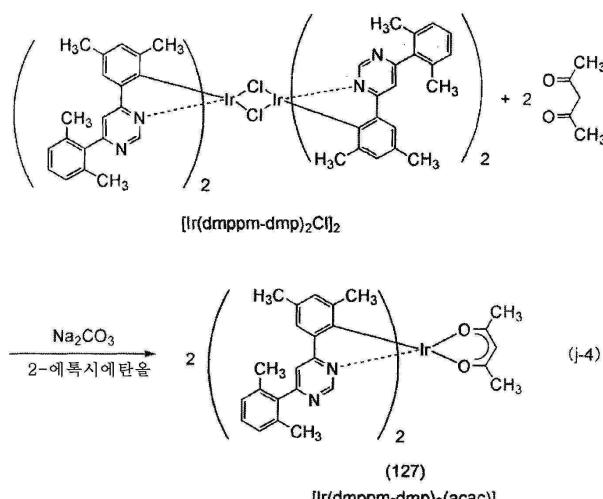
으로써 반응을 초래하였다. 용매를 증류 제거한 후, 수득된 잔류물을 흡인-여과하고 헥산으로써 세척하여, 이 핵 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmppm-dmp})_2\text{Cl}]_2$ (약칭)를 흑색 고체로서 79 %의 수율로 수득하였다. 수순 3의 합성 방법이 (j-3)에 나타나 있다.



[0585]

[0586] <수순 4: 비스{4,6-디메틸-2-[6-(2,6-디메틸페닐)-4-파리미디닐-κN3]페닐-κC}(2,4-펜탄디오나토-κ²O,O')이리듐(III) (약칭: $[\text{Ir}(\text{dmppm-dmp})_2(\text{acac})]$)의 합성>

[0587] 이어서, 2-에톡시에탄올 30 mL, 수순 3에서 수득된 이핵 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmppm-dmp})_2\text{Cl}]_2$ (약칭) 0.606 g, 아세틸아세톤 (약칭: Hacac) 0.138 g, 및 탄산나트륨 0.489 g을, 환류관이 장착된 둥근바닥 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 120 W)를 1 시간 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 용매를 증류 제거하고, 수득된 잔류물을, 전개 용매로서 1:2의 비의 에틸 아세테이트 및 헥산을 사용하는 플래쉬 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하였다. 이어서, 디클로로메탄과 헥산의 혼합 용매를 사용하여 재결정화를 수행하여, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmppm-dmp})_2(\text{acac})]$ (약칭)를 암적색 분말로서 50 %의 수율로 수득하였다. 수순 4의 합성 방법이 (j-4)에 나타나 있다.



[0588]

[0589] 수순 4에서 수득된 암적색 분말의 핵자기 공명 ($^1\text{H-NMR}$) 분광법에 의한 분석 결과가 하기에서 기술된다. 도 65는 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다. 이 결과를 통해, 구조식 (127)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{dmppm-dmp})_2(\text{acac})]$ (약칭)가 합성 실시에 10에서 수득되었음을 알게 되었다.

[0590] ¹H-NMR. δ(DMSO-d6): 1.43 (s, 6H), 1.70 (s, 6H), 2.19 (s, 12H), 2.18 (s, 6H), 5.34 (s, 1H), 6.54 (s, 2H), 7.23 (d, 4H), 7.30-7.33 (m, 2H), 7.79 (s, 2H), 8.23 (s, 2H), 8.95 (ds, 2H).

[0591]

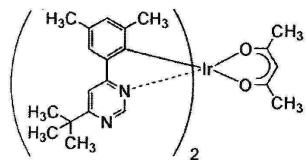
[실시예 16]

[0592]

<<합성 실시예 11>>

[0593]

합성 실시예 11에서는, 실시형태 1에서 구조식 (106)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 촉물인 비스{4,6-디메틸-2-[6-tert-부틸-4-피리미디닐-κN3]페닐-κC}(2,4-페탄디오나토-κ²O,O')이리듐(III) (약칭: [Ir(tBudm ppm)₂(acac)])의 합성 방법이 기술된다. [Ir(tBudm ppm)₂(acac)] (약칭)의 구조는 하기에 나타나 있다.



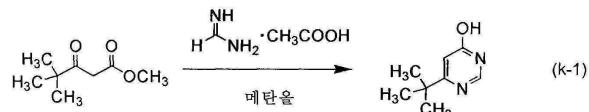
(106)
[Ir(tBudm ppm)₂(acac)]

[0594]

<수순 1: 4-tert-부틸-6-히드록시피리미딘의 합성>

[0596]

우선, 포름아미딘 히드로클로라이드 7.2 g, 나트륨 메톡시드 7.5 g, 및 메탄올 70 mL를 100 mL 들이 3목 플라스크에 넣었다. 이어서, 메틸 4,4-디메틸-3-옥소발레레이트 10 g을 상기 혼합 용액에 첨가하였다. 혼합물을 실온에서 24 시간 동안 교반하였다. 이어서, 반응한 용액에 물 17 mL와 아세트산 7.2 mL의 혼합 용액을 첨가하고, 혼합물을 실온에서 교반하였다. 이 혼합물을 농축시키고, 그 결과 수득된 잔류물을 물에 용해시켰다. 용액을 에틸 아세테이트로써 추출하였다. 수득된 추출물의 용액을 포화 염수로써 세척하고, 건조를 위해 황산마그네슘을 첨가하였다. 상기 건조 후에, 용액을 여과하였다. 이 용액의 용매를 증류 제거하고, 수득된 고체를 에틸 아세테이트로써 세척하여, 제조될 피리미딘 유도체를 백색 고체로서 49 %의 수율로 수득하였다. 수순 1의 합성 방법이 (k-1)에 나타나 있다.

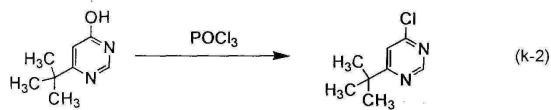


[0597]

<수순 2: 4-tert-부틸-6-클로로피리미딘의 합성>

[0599]

이어서, 수순 1에서 수득된 4-tert-부틸-6-히드록시피리미딘 4.7 g 및 포스포릴 클로라이드 14 mL를 50 mL 들이 3목 플라스크에 넣고, 혼합물을 가열하고 1 시간 30 분 동안 환류시켰다. 상기 환류 후에, 포스포릴 클로라이드를 감압 하에서 증류 제거하였다. 수득된 잔류물을 디클로로메탄에 용해시키고, 물 및 탄산수소나트륨의 포화 수용액으로써 세척하고, 황산마그네슘으로써 건조시켰다. 상기 건조 후에, 용액을 여과하였다. 이 용액의 용매를 증류 제거하고, 수득된 잔류물을, 전개 용매로서 10:1의 비의 헥산 및 에틸 아세테이트를 사용하는 실리카겔 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하고, 제조될 피리미딘 유도체를 백색 고체로서 78 %의 수율로 수득하였다. 수순 2의 합성 방법이 (k-2)에 나타나 있다.



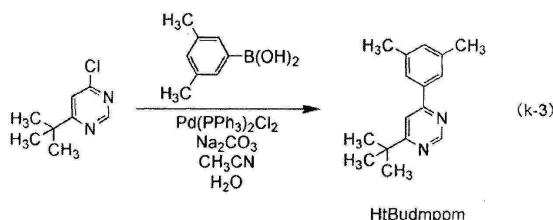
[0600]

<수순 3: 4-tert-부틸-6-(3,5-디메틸페닐)피리미딘 (약칭: HtBudm ppm)의 합성 방법>

[0602]

이어서, 수순 2에서 수득된 4-tert-부틸-6-클로로피리미딘 2.01 g, 3,5-디메틸페닐붕소산 3.63 g, 탄산나트륨

2.48 g, 비스(트리페닐포스핀)팔라듐(II) 디클로라이드 ($\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$) 0.10 g, 물 20 mL, 및 DMF 20 mL를, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 혼합물을 아르곤으로써 15 분 동안 발포시켰다. 이 반응 용기에 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 여기서, 또한 3,5-디메틸페닐붕소산 0.90 g, 탄산나트륨 0.64 g, 및 $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$ 0.025 g을 상기 플라스크에 넣고 혼합물을 아르곤으로써 15 분 동안 발포시켰다. 이 반응 용기에 다시 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 이어서, 물을 이 용액에 첨가하고 유기 층을 디클로로메탄으로써 추출하였다. 수득된 유기 층을 물 및 포화 염수로써 세척하고, 황산마그네슘으로써 건조시켰다. 상기 건조 후에, 용액을 여과하였다. 이 용액의 용매를 증류 제거하고, 수득된 잔류물을, 전개 용매로서 10:1의 비의 디클로로메탄 및 에틸 아세테이트를 사용하는 실리카겔 칼럼 크로마토그래피를 통해 정제하여, 제조될 피리미딘 유도체인 HtBudm ppm (약칭)을 담황색 오일로서 96 %의 수율로 수득하였다. 극초단파의 조사를 극초단파 합성 시스템 (CEM 코포레이션에 의해 제조된 디스커버)을 사용하여 수행했다는 점에 유의한다. 수순 3의 합성 방법이 (k-3)에 나타나 있다.



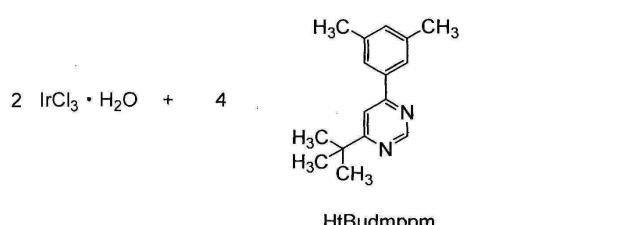
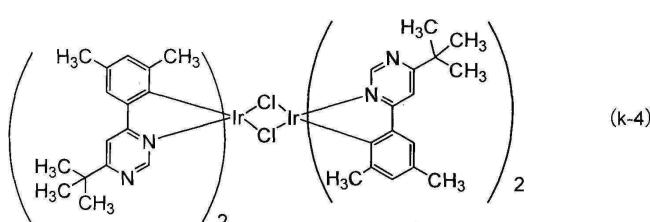
[0603]

[0604]

<수순 4: 디- μ -클로로-테트라카이스{4,6-디메틸-2-[6-tert-부틸-4-피리미디닐- κC]페닐- κC }디아리듐(III) (약칭: $[\text{Ir}(\text{tBudm ppm})_2\text{Cl}]_2$)의 합성>

[0605]

이어서, 2-에톡시에탄올 30 mL, 물 10 mL, 수순 3에서 수득된 HtBudm ppm-dmp (약칭) 2.69 g, 및 염화아리듐 수화물 ($\text{IrCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) (시그마-알드리치 코포레이션에 의해 제조됨) 1.48 g을, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 1 시간 동안 조사함으로써 반응을 초래하였다. 용매를 증류 제거하고, 이어서 수득된 잔류물을 흡인-여과하고 에탄올로써 세척하여, 이핵 착물인 $[\text{Ir}(\text{tBudm ppm})_2\text{Cl}]_2$ (약칭)를 녹색 분말로서 62 %의 수율로 수득하였다. 수순 4의 합성 방법이 (k-4)에 나타나 있다.

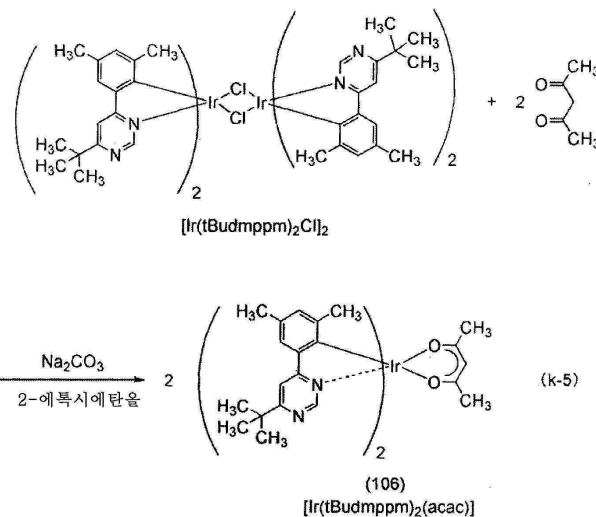
2-에톡시에탄올 / H_2O [$[\text{Ir}(\text{tBudm ppm})_2\text{Cl}]_2$]

[0606]

[0607]

<수순 5: 비스{4,6-디메틸-2-[6-tert-부틸-4-피리미디닐- κC]페닐- κC }(2,4-펜탄디오나토- $\kappa^2 O, O'$)이리듐(III) (약칭: $[\text{Ir}(\text{tBum ppm})_2(\text{acac})]_2$)의 합성>

[0608] 또한, 2-에톡시에탄올 30 mL, 수순 4에서 수득된 이핵 착물인 $[\text{Ir}(\text{tBudmppm})_2\text{Cl}]_2$ (약칭) 0.98 g, 아세틸아세톤 (약칭: Hacac) 0.21 g, 및 탄산나트륨 0.73 g을, 환류관이 장착된 회수 플라스크에 넣고, 플라스크 내의 공기를 아르곤으로 교체하였다. 이어서, 극초단파 (2.45 GHz, 200 W)를 60 분 동안 조사하였다. 여기서, Hacac (약칭) 0.21 g을 첨가하고, 다시 극초단파 (2.45 GHz, 100 W)를 60 분 동안 조사함으로써 가열을 수행하였다. 용매를 증류 제거하고, 수득된 잔류물을 에탄올로 써 흡인-여과하였다. 수득된 고체를 물 및 에탄올로 써 세척하였다. 수득된 고체를 디클로로메탄에 용해시키고, 셀라이트, 알루미나, 및 셀라이트가 이러한 순서대로 적층된 여과 보조제를 통해 여과하였다. 이어서 디클로로메탄과 에탄올의 혼합 용매를 사용하여 재결정화를 수행하여, 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{tBudmppm})_2(\text{acac})]$ (약칭)를 노란 주황색 분말로서 61 % 수율로 수득하였다. 수순 5의 합성 방법이 (k-5)에 나타나 있다.



[0609]

[0610] 수순 5에서 수득된 노란 주황색 분말의 핵자기 공명 ($^1\text{H-NMR}$) 분광법에 의한 분석 결과가 하기에서 기술된다. 도 66은 $^1\text{H-NMR}$ 그래프를 나타낸다. 이 결과를 통해, 구조식 (106)에 의해 나타내어지는 본 발명의 한 실시형태인 유기금속 착물인 $[\text{Ir}(\text{tBudmppm})_2(\text{acac})]$ (약칭)가 합성 실시에 11에서 수득되었음을 알게 되었다.

$^1\text{H-NMR. } \delta(\text{CDCl}_3): 1.38 \text{ (s, 6H), } 1.46 \text{ (s, 18H), } 1.69 \text{ (s, 6H), } 2.26 \text{ (s, 6H), } 5.17 \text{ (s, 1H), } 6.55 \text{ (s, 2H), } 7.43 \text{ (s, 2H), } 7.71 \text{ (s, 2H), } 8.87 \text{ (s, 2H).}$

[0611]

부호의 설명

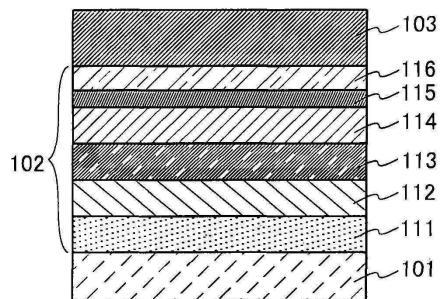
[0612] 101: 제1 전극, 102: EL 층, 103: 제2 전극, 111: 정공-주입층, 112: 정공-수송층, 113: 발광층, 114: 전자-수송층, 115: 전자-주입층, 116: 전하 생성층, 201: 양극, 202: 음극, 203: EL 층, 204: 발광층, 205: 인광성 화합물, 206: 제1 유기 화합물, 207: 제2 유기 화합물, 301: 제1 전극, 302(1): 제1 EL 층, 302(2): 제2 EL 층, 302(n-1): (n-1) 번째 EL 층, 302(n): (n) 번째 EL 층, 304: 제2 전극, 305: 전하 생성층 (I), 305(1): 제1 전하 생성층 (I), 305(2): 제2 전하 생성층 (I), 305(n-2): (n-2) 번째 전하 생성층 (I), 305(n-1): (n-1) 번째 전하 생성층 (I), 401: 반사 전극, 402: 반투과 반반사 전극, 403a: 제1 투명 전도층, 403b: 제2 투명 전도층, 404B: 제1 발광층 (B), 404G: 제2 발광층 (G), 404R: 제3 발광층 (R), 405: EL 층, 410R: 제1 발광 소자 (R), 410G: 제2 발광 소자 (G), 410B: 제3 발광 소자 (B), 501: 소자 기판, 502: 화소부, 503: 구동 회로부 (소스선 구동 회로), 504a 및 504b: 구동 회로부 (게이트선 구동 회로), 505: 실런트, 506: 밀봉 기판, 507: 배선, 508: FPC (연성 인쇄 회로), 509: n-채널형 TFT, 510: p-채널형 TFT, 511: 스위칭용 TFT, 512: 전류 제어용 TFT, 513: 제1 전극 (양극), 514: 절연체, 515: EL 층, 516: 제2 전극 (음극), 517: 발광 소자, 518: 공간, 1100: 기판, 1101: 제1 전극, 1102: EL 층, 1103: 제2 전극, 1111: 정공-주입층, 1112: 정공-수송층, 1113: 발광층, 1114: 전자-수송층, 1115: 전자-주입층, 7100: 텔레비전 세트, 7101: 하우징, 7103: 표시부, 7105: 스텐드, 7107: 표시부, 7109: 조작 키, 7110: 리모컨, 7201: 본체, 7202: 하우징, 7203: 표시부, 7204: 키보드, 7205: 외부 접속 포트, 7206: 포인팅 디바이스, 7301: 하우징, 7302: 하우징, 7303: 연결부, 7304: 표시부, 7305: 표시부, 7306: 스피커부, 7307: 기록 매체 삽입부, 7308: LED 램프, 7309: 조작 키, 7310: 접속 단자,

7311: 센서, 7312: 마이크, 7400: 이동전화기, 7401: 하우징, 7402: 표시부, 7403: 조작 버튼, 7404: 외부 접속 포트, 7405: 스피커, 7406: 마이크, 8001: 조명 장치, 8002: 조명 장치, 8003: 조명 장치, 8004: 조명 장치, 9033: 결쇠, 9034: 표시 모드 스위치, 9035: 전원 스위치, 9036: 절전 스위치, 9038: 조작 스위치, 9630: 하우징, 9631: 표시부, 9631a: 표시부, 9631b: 표시부, 9632a: 터치 패널 영역, 9632b: 터치 패널 영역, 9633: 태양광 셀, 9634: 충방전 제어 회로, 9635: 전지, 9636: DCDC 컨버터, 9637: 조작 키, 9638: 컨버터, 및 9639: 버튼.

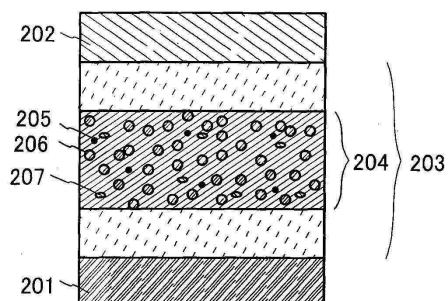
본 출원은 2011년 12월 23일에 일본 특허청에 출원된 일본 특허 출원 제2011-282465호에 기초하며, 이 출원의 전문은 본원에 참조로 포함된다.

도면

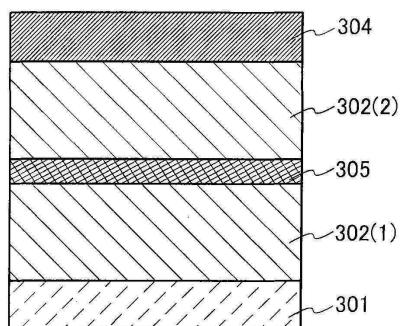
도면1



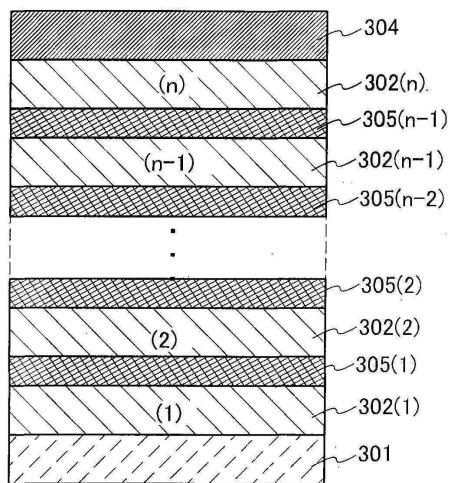
도면2



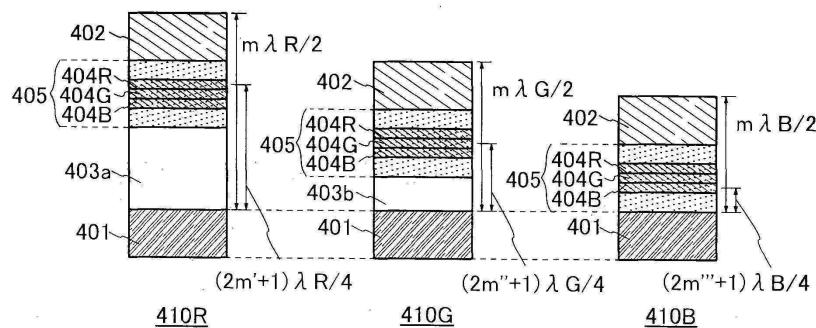
도면3a



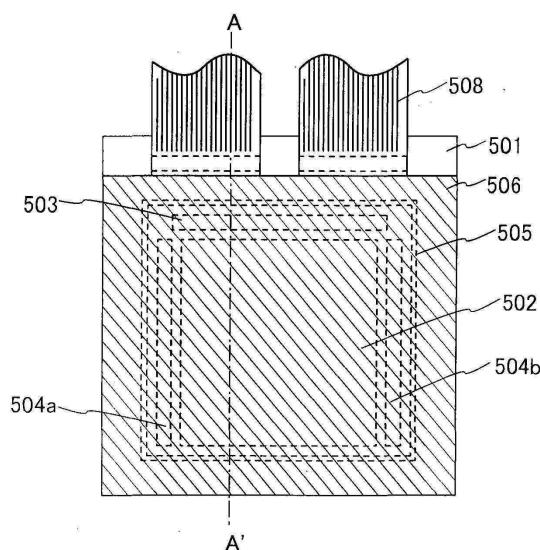
도면3b



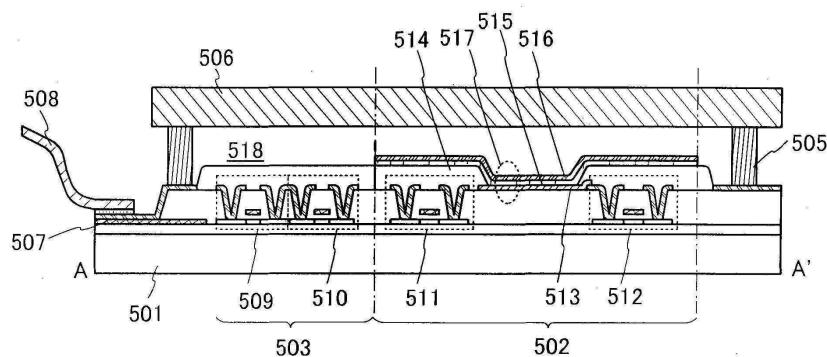
도면4



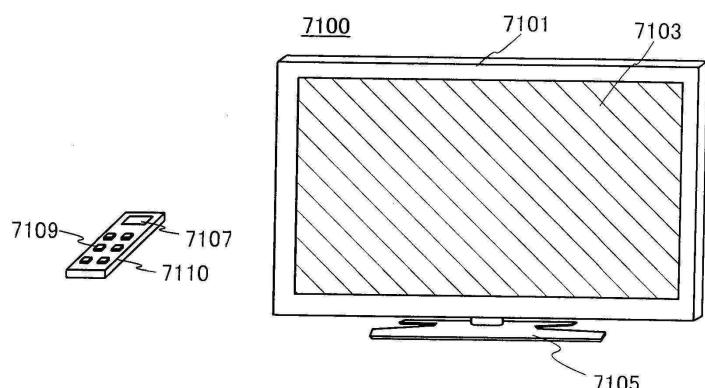
도면5a



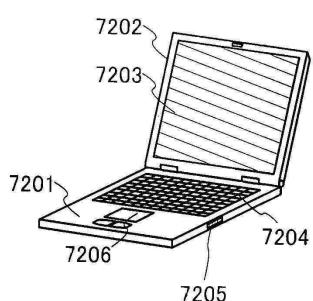
도면5b



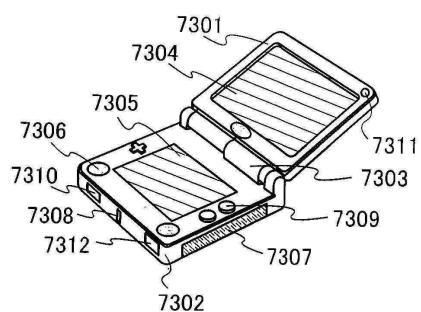
도면6a



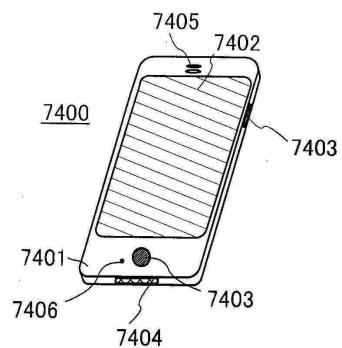
도면6b



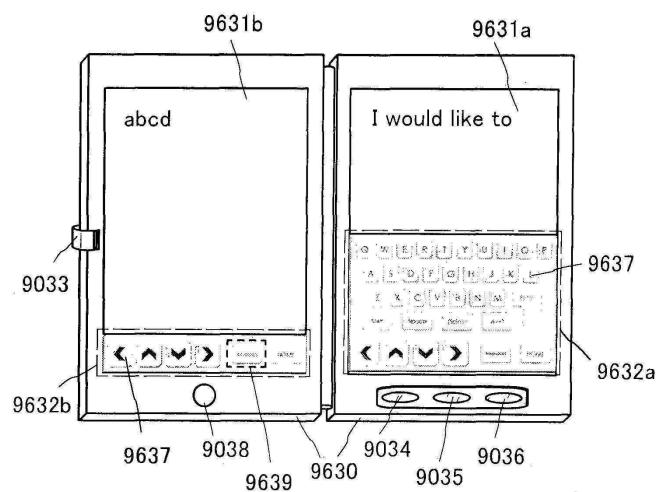
도면6c



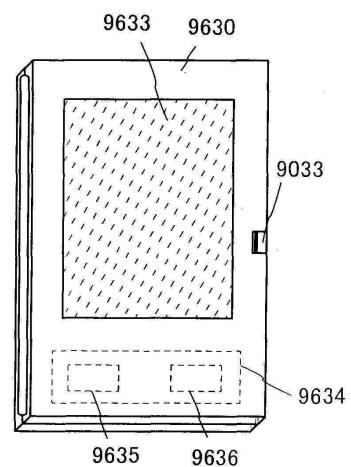
도면6d



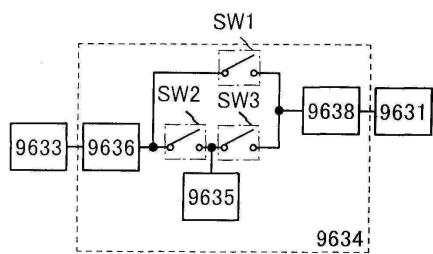
도면7a



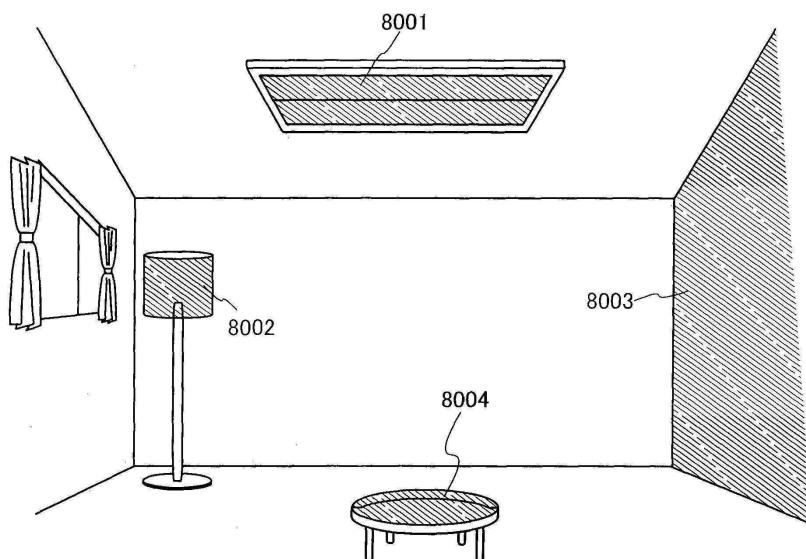
도면7b



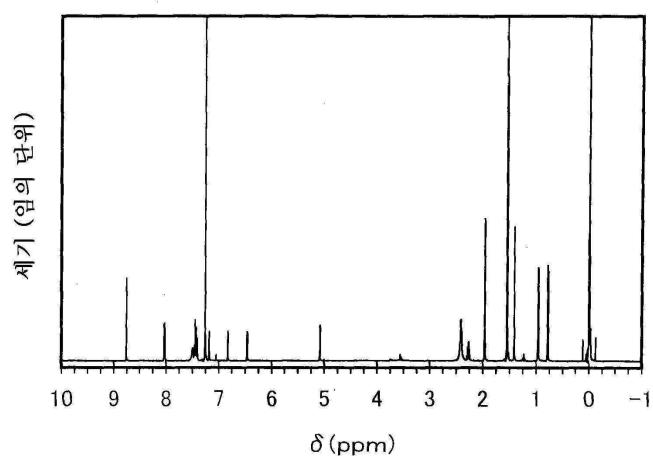
도면7c



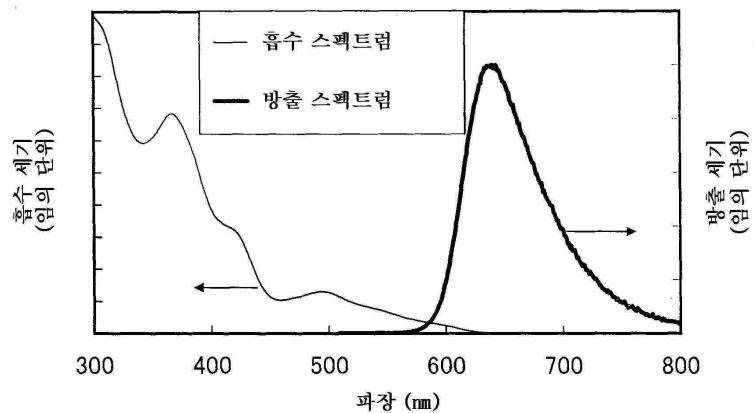
도면8



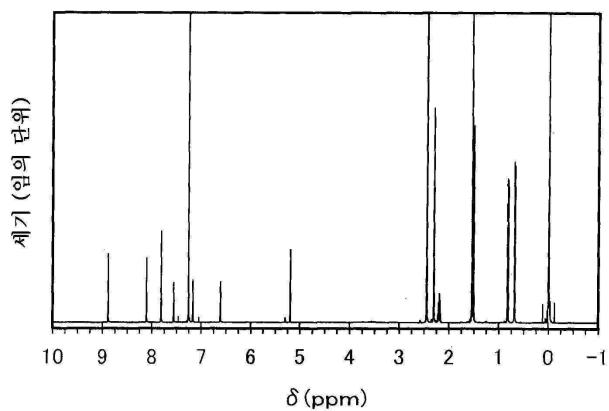
도면9



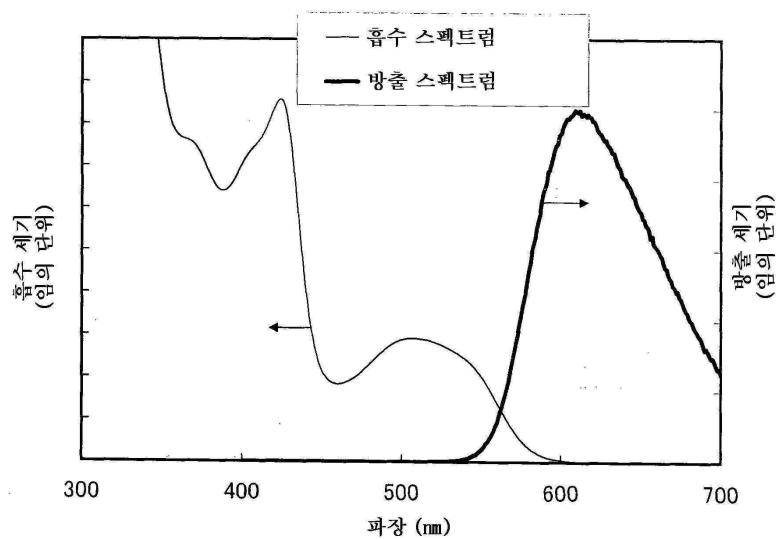
도면10



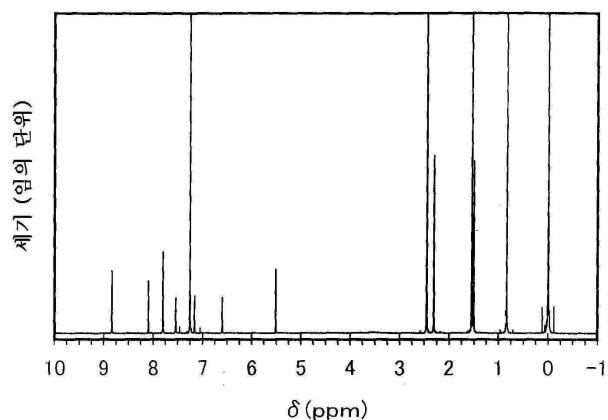
도면11



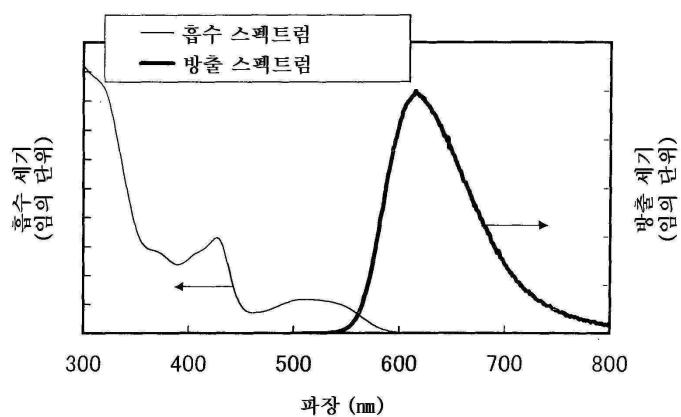
도면12



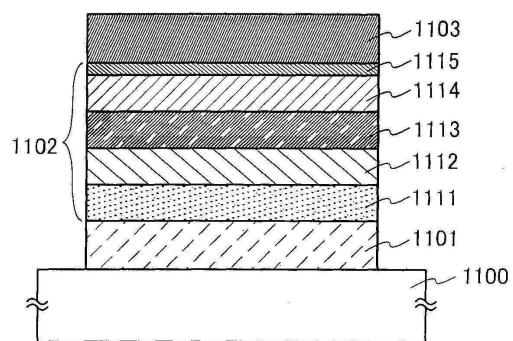
도면13



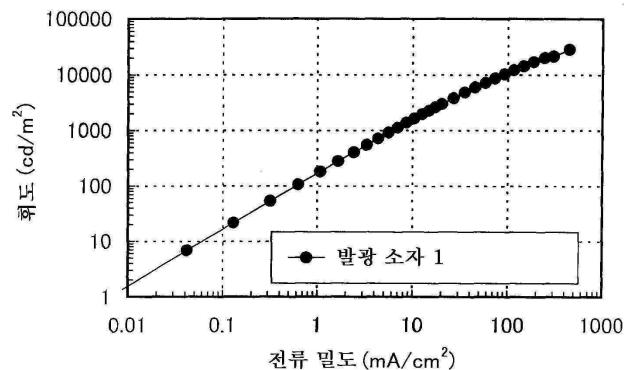
도면14



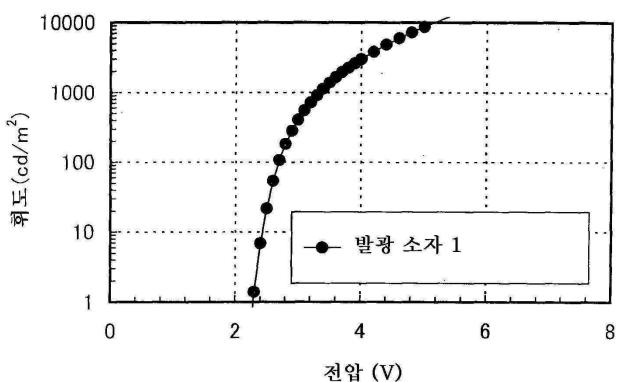
도면15



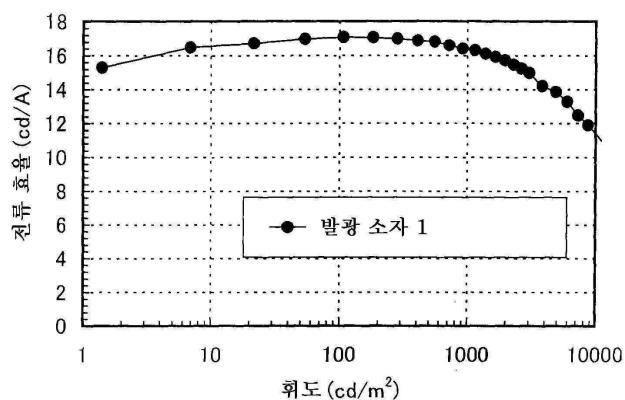
도면16



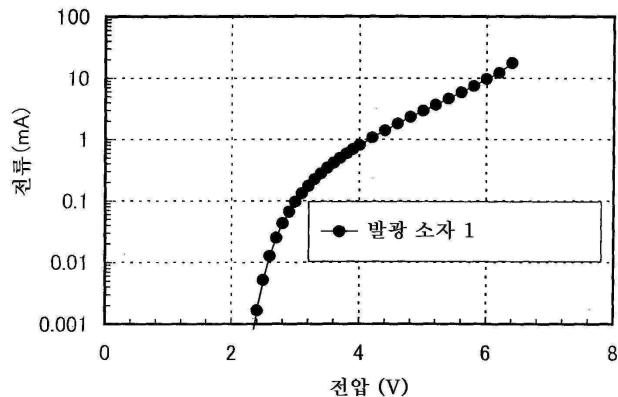
도면17



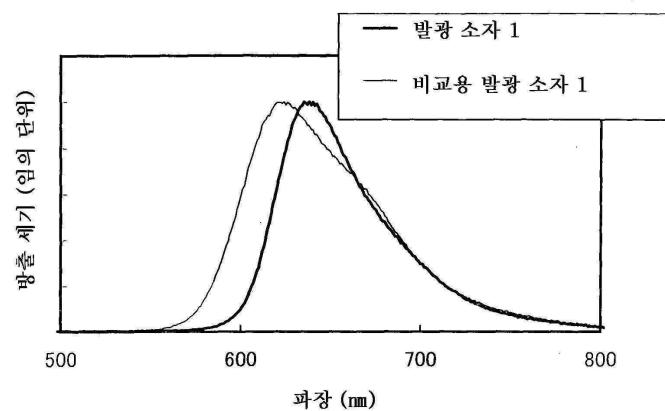
도면18



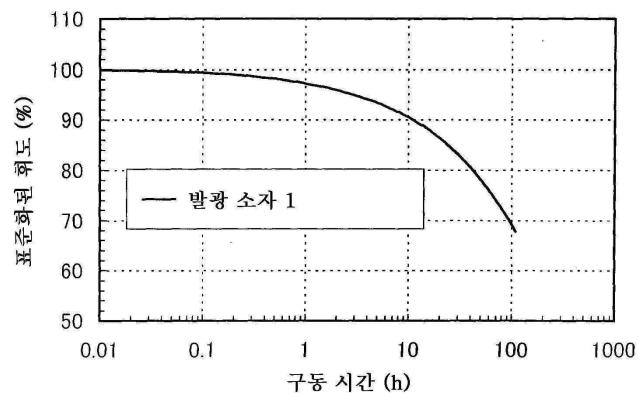
도면19



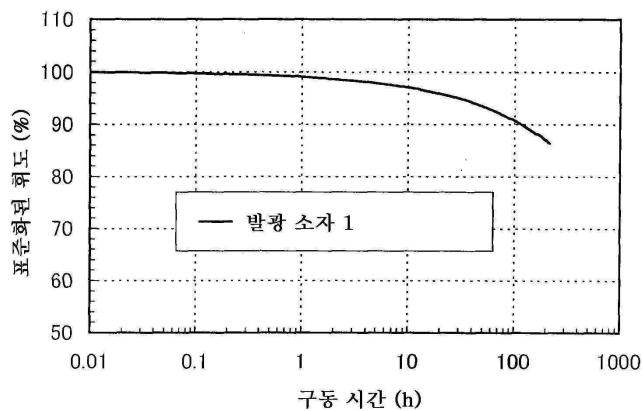
도면20



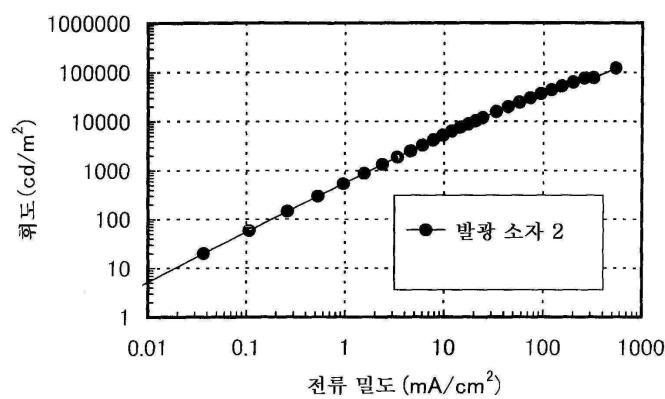
도면21



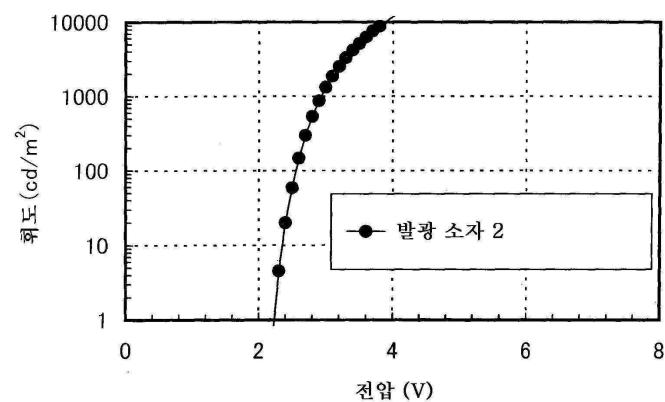
도면22



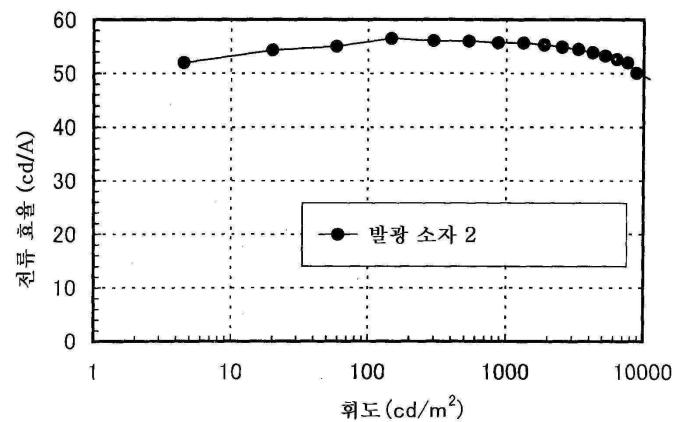
도면23



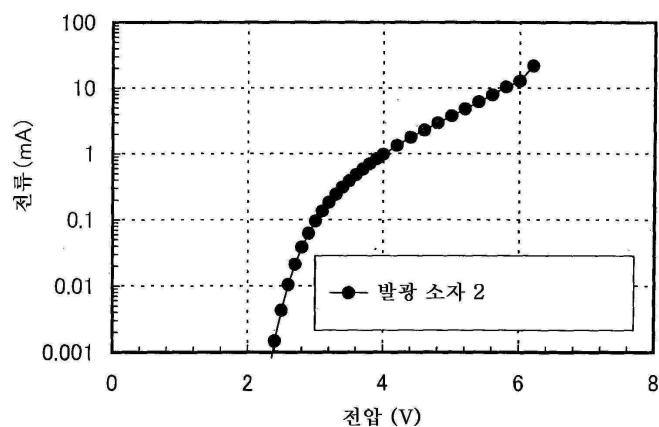
도면24



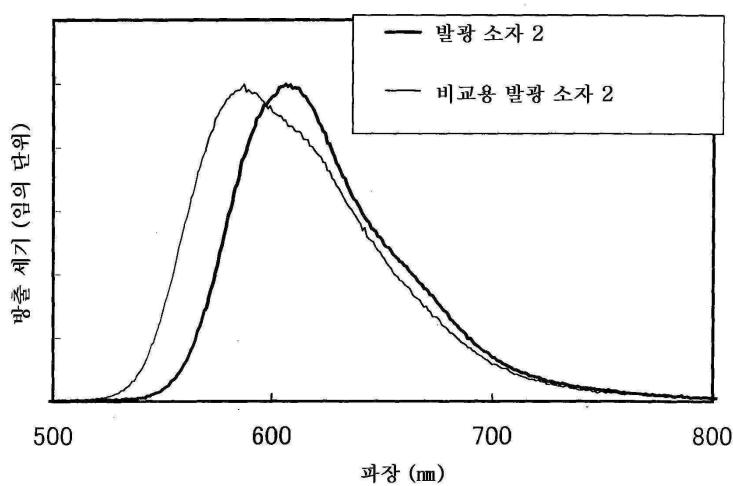
도면25



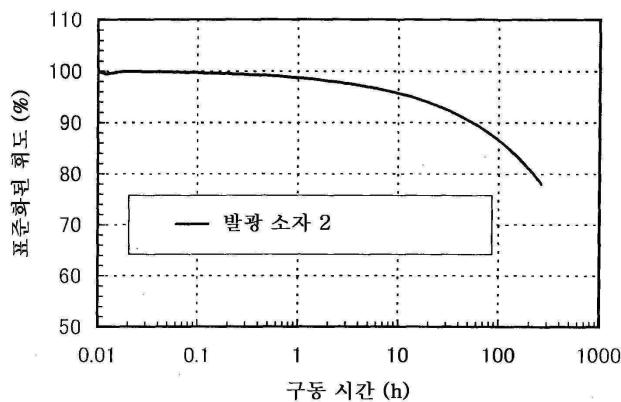
도면26



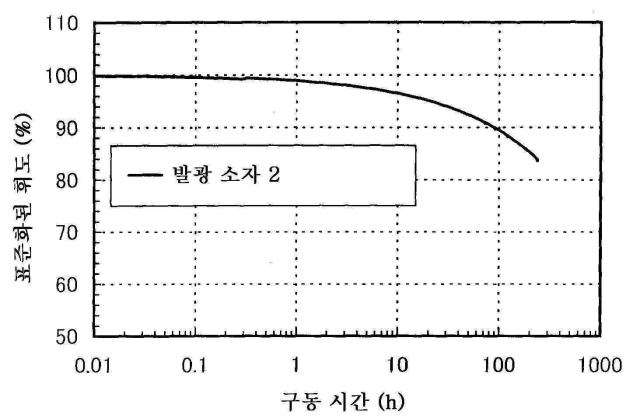
도면27



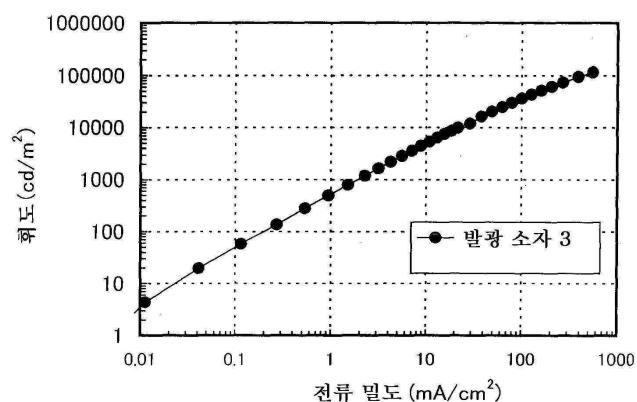
도면28



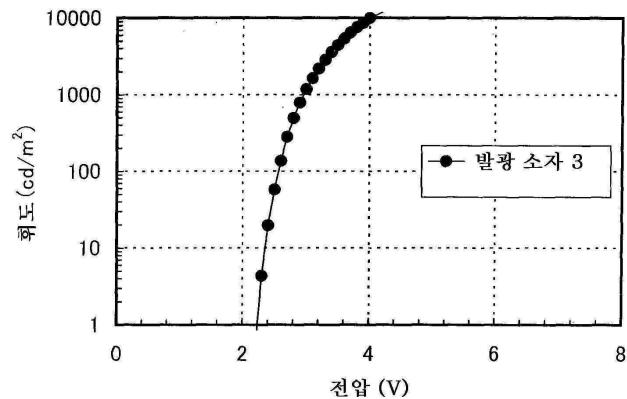
도면29



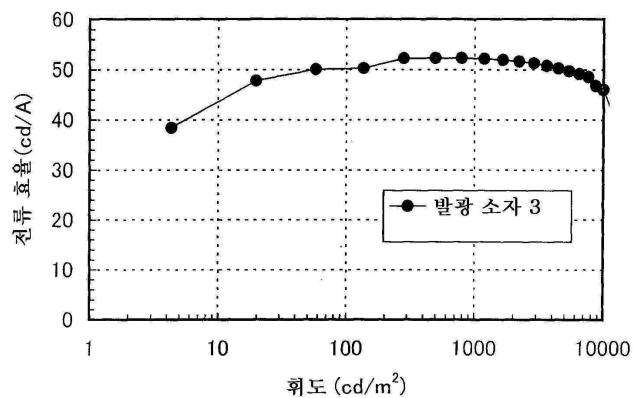
도면30



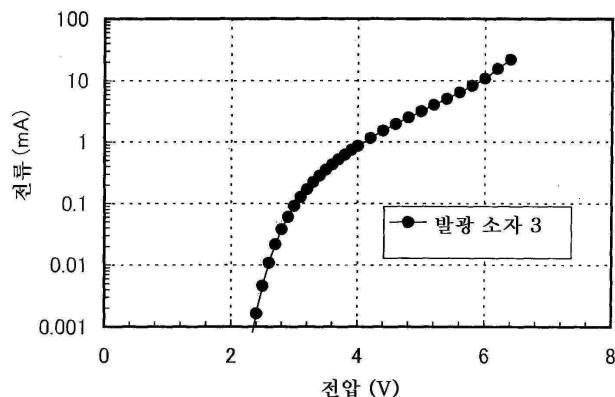
도면31



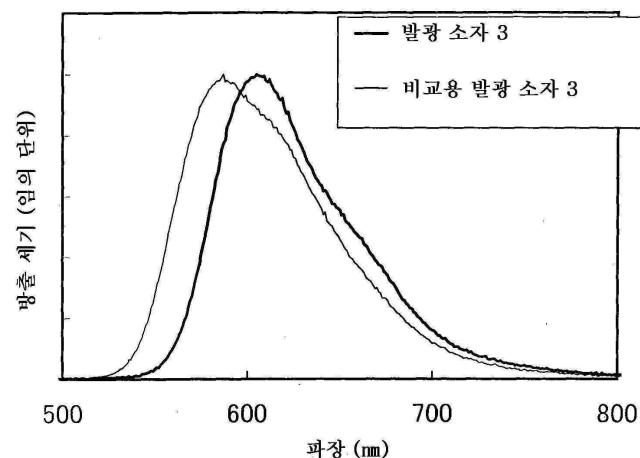
도면32



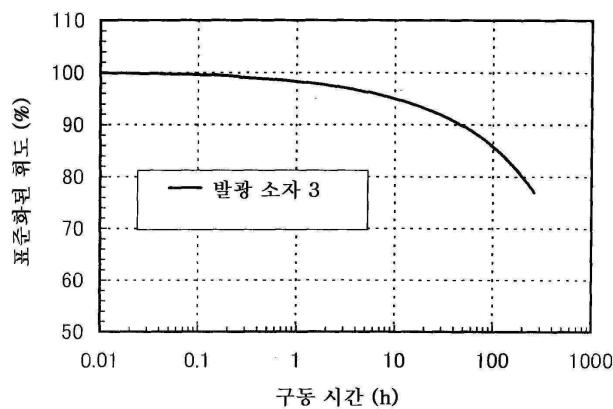
도면33



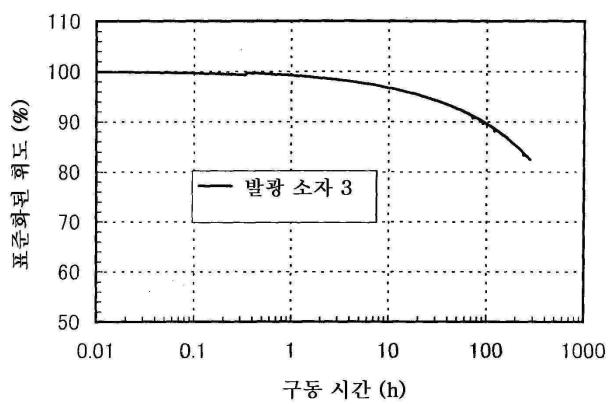
도면34



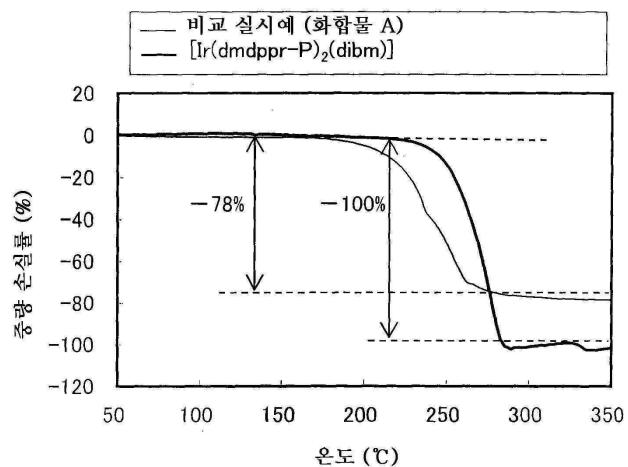
도면35



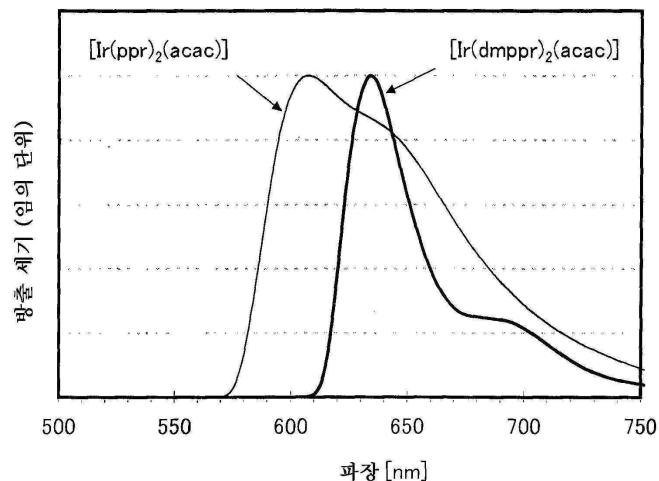
도면36



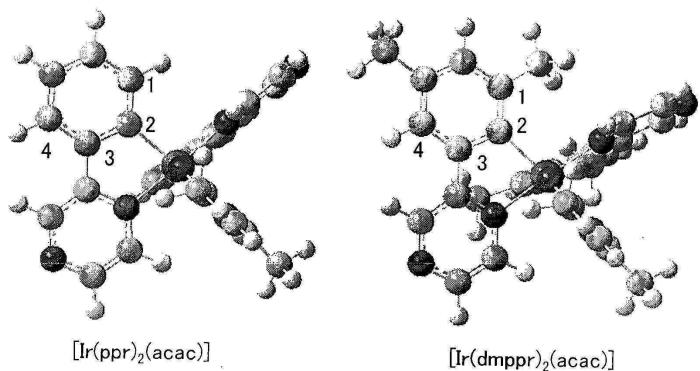
도면37



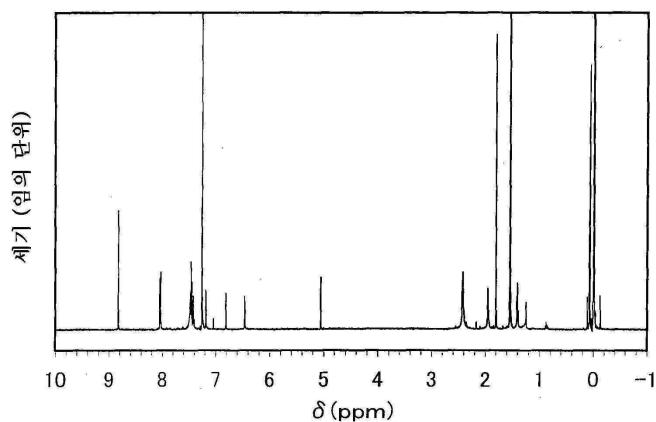
도면38



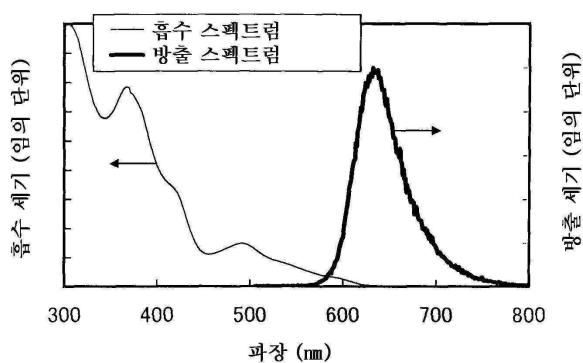
도면39



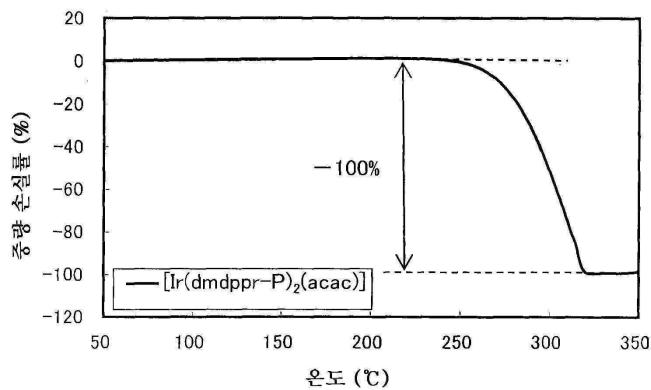
도면40



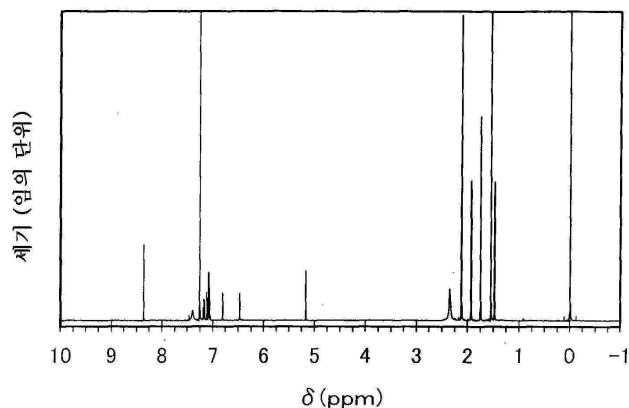
도면41



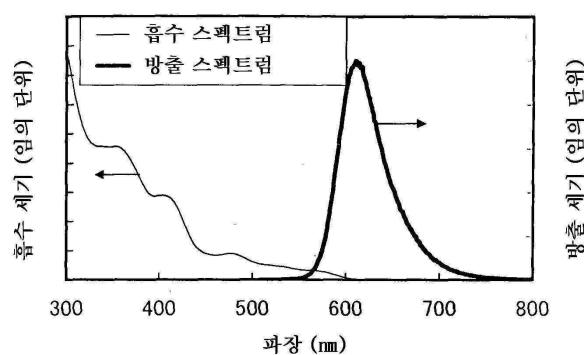
도면42



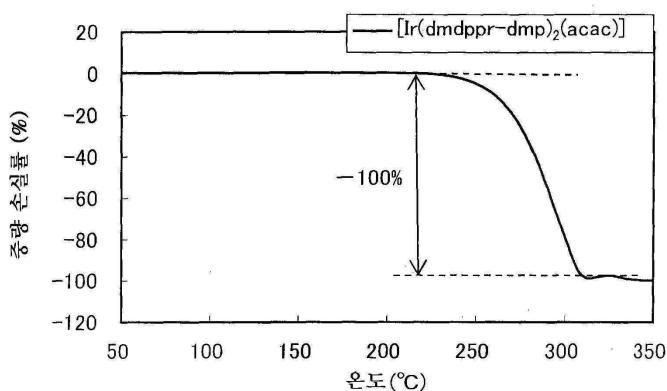
도면43



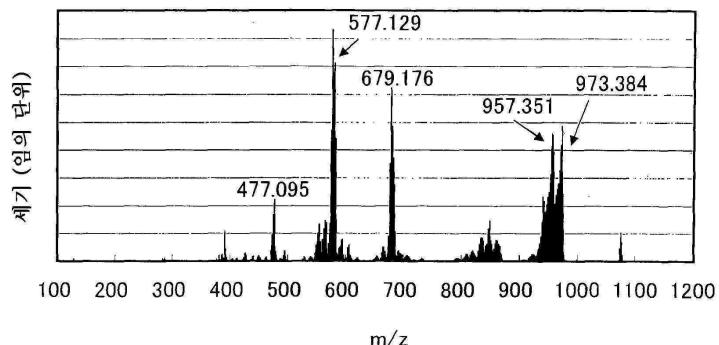
도면44



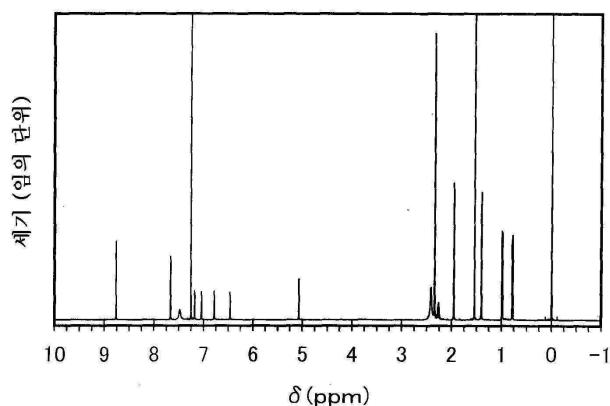
도면45



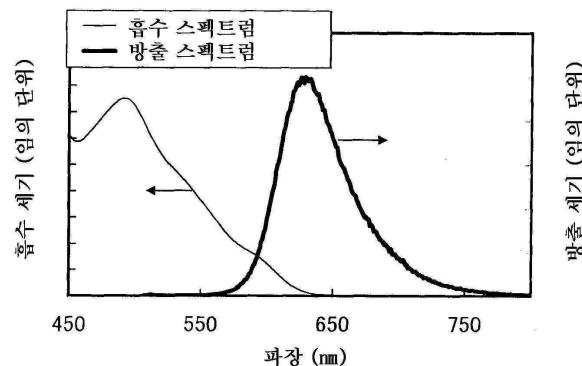
도면46



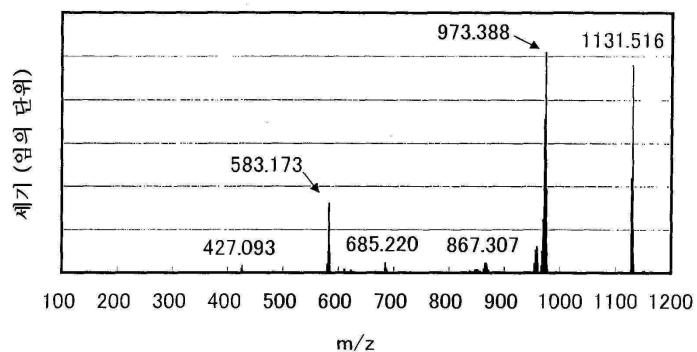
도면47



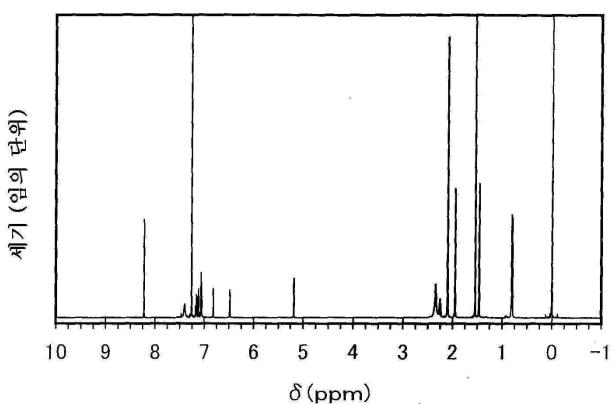
도면48



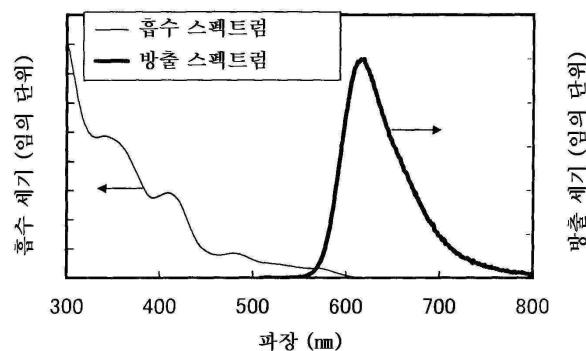
도면49



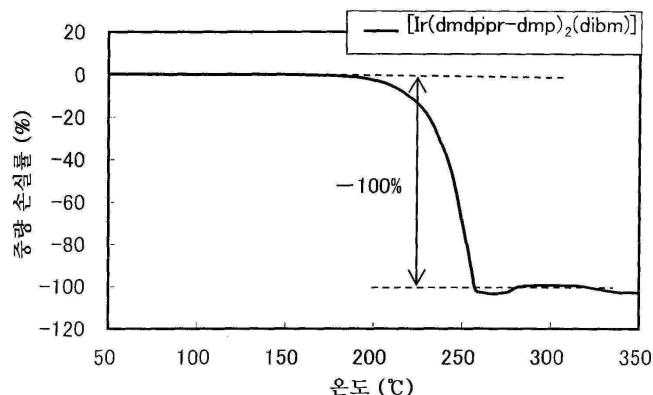
도면50



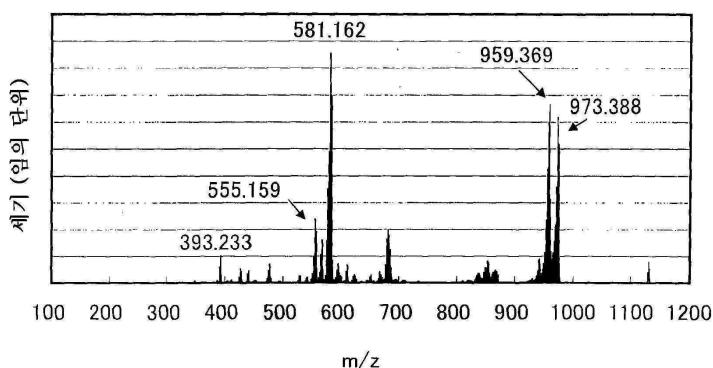
도면51



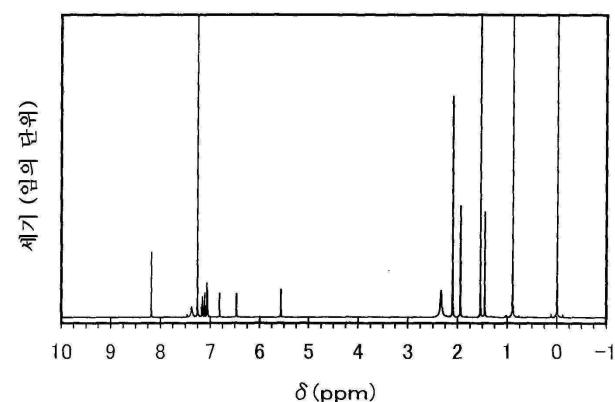
도면52



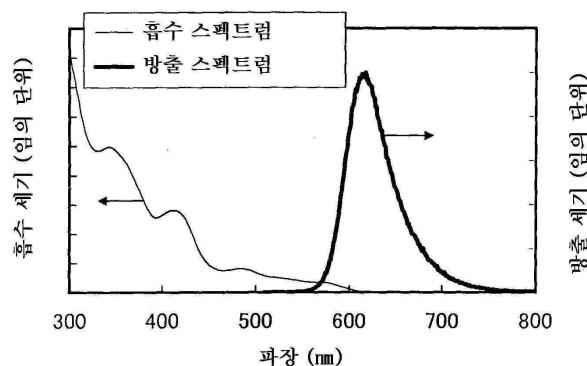
도면53



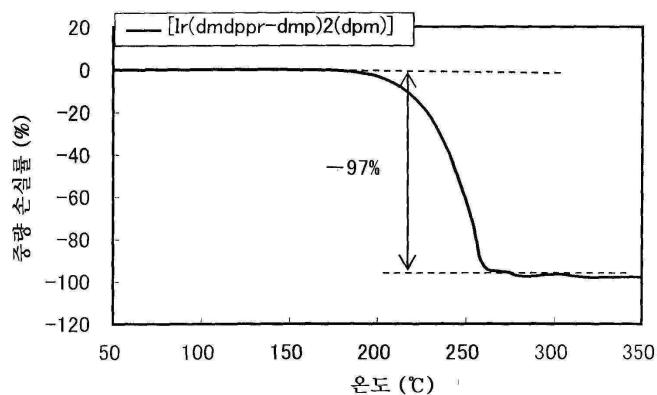
도면54



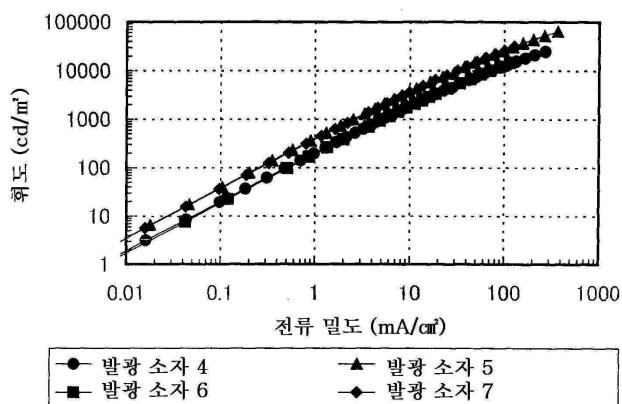
도면55



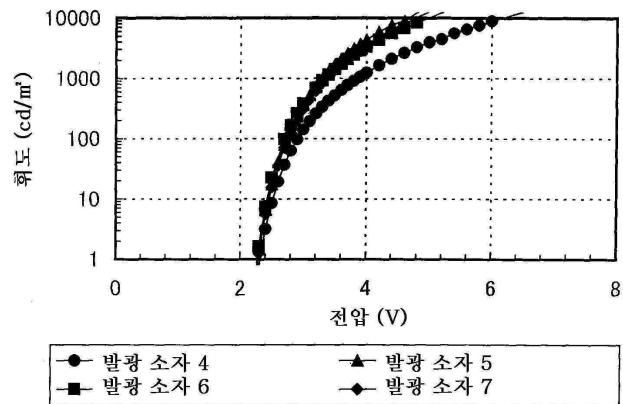
도면56



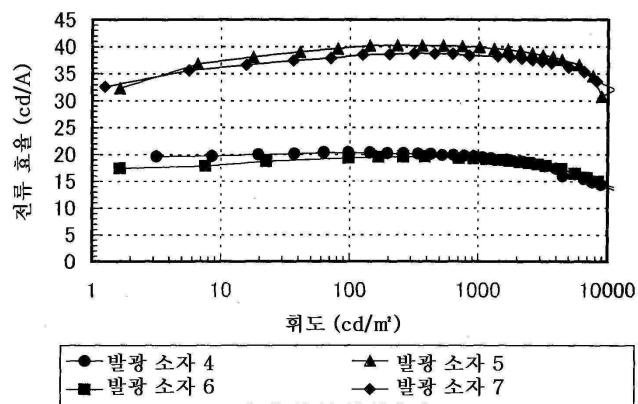
도면57



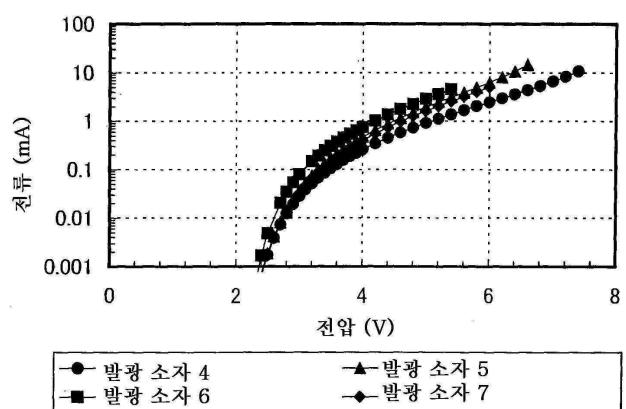
도면58



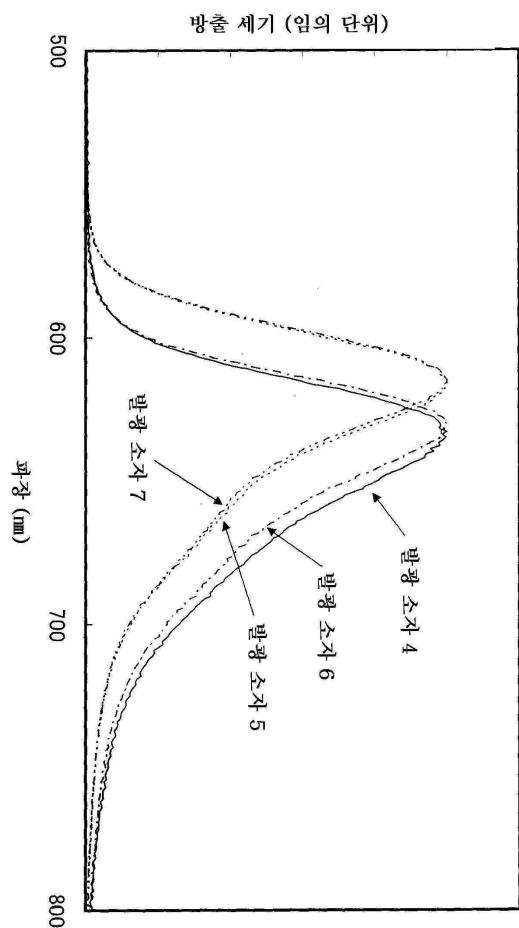
도면59



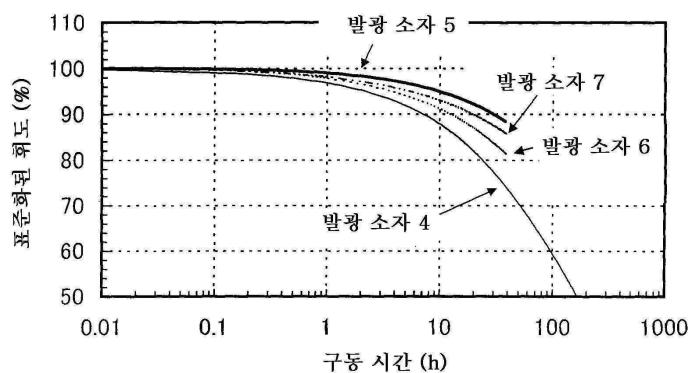
도면60



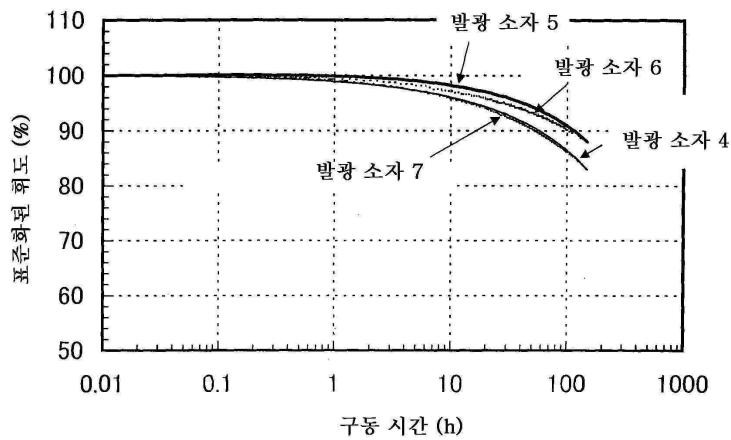
도면61



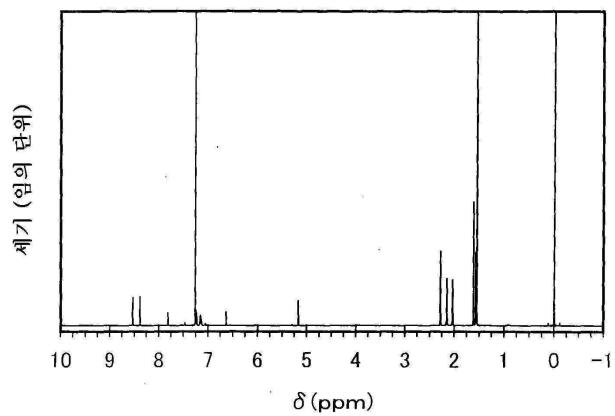
도면62



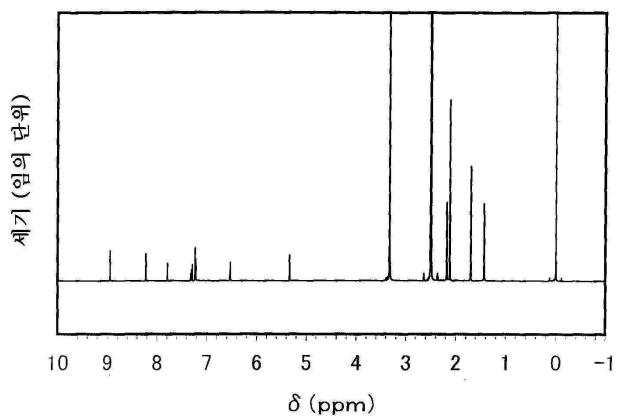
도면63



도면64



도면65



도면66

