



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2021-0058138
(43) 공개일자 2021년05월24일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C09K 11/06 (2006.01)

(52) CPC특허분류

C09K 11/06 (2021.01)

C09K 2211/185 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2019-0145233

(22) 출원일자 2019년11월13일

심사청구일자 2019년11월13일

(71) 출원인

고려대학교 산학협력단

서울특별시 성북구 안암로 145, 고려대학교 (안암동5가)

(72) 발명자

강상욱

세종특별자치시 천의면 운주산로 1398, 109동 101호(민석그린아파트)

손호진

경기도 수원시 권선구 동수원로145번길 24, 211동 104호(권선동, 수원아이파크시티2단지)

(74) 대리인

박상열, 최내윤

전체 청구항 수 : 총 8 항

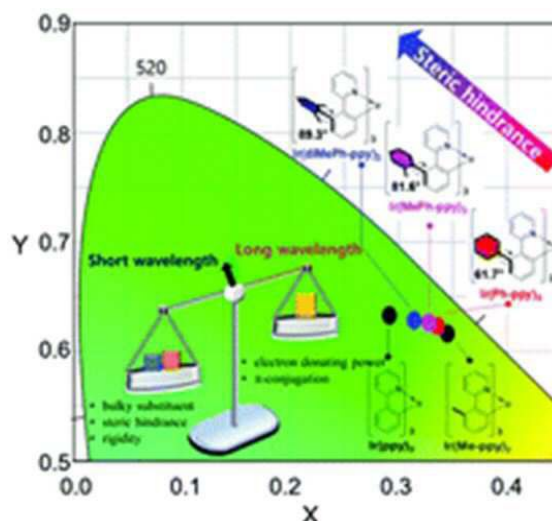
(54) 발명의 명칭 이리듐 인광소재, 그 제조 방법, 및 이의 광물리적 특성

(57) 요약

이리듐 인광소재에 있어서, 이리듐을 포함하는 중심 금속, 및 상기 중심 금속의 2차 배위자이고, 입체장애 페닐기가 도입된 페닐-피리딘 리간드를 포함하되, 상기 입체장애 페닐은, 상기 리간드의 페닐기의 오르토(ortho) 위치에 도입되는 것을 포함할 수 있다.

본 출원은 상기 입체장애 작용기가 도입된 페닐피리딘 리간드를 포함하는 이리듐 인광소재, 그 제조 방법, 및 이의 광물리적 특성에 관한 것이다.

대표도 - 도2



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	K_G011005137904
부처명	산업통상자원부
과제관리(전문)기관명	한국산업기술평가관리원
연구사업명	전자정보디바이스산업원천기술개발사업
연구과제명	AMOLED용 장수명(10,000 시간 초과) 진청색(색좌표 (0.15, 0.10)) 인광도판트 개발
기 여 율	1/1
과제수행기관명	고려대학교 산학협력단
연구기간	2019.01.01 ~ 2019.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

이리듐을 포함하는 중심 금속; 및

상기 중심 금속의 2차 배위자이고, 입체장애 페닐기가 도입된 페닐-피리딘 리간드를 포함하되,

상기 입체장애 페닐은, 상기 리간드의 페닐기의 오르토(ortho) 위치에 도입되는 것을 포함하는 이리듐 인광소재.

청구항 2

제1 항에 있어서,

상기 입체장애 페닐은, 페닐, 메틸페닐 또는 2,6-디메틸페닐 중에서 적어도 어느 하나인 것을 포함하는 이리듐 인광소재.

청구항 3

제1 항에 있어서,

상기 입체장애 페닐의 분자량이 커질수록, 발광파장이 증가하는 것을 포함하는 이리듐 인광소재.

청구항 4

제1 항에 있어서,

녹색 발광 물질인 것을 포함하는 이리듐 인광소재.

청구항 5

제1 항에 있어서,

상기 리간드를 동종리간드로 포함하는 동종리간드 이리듐 착화합물을 포함하는 이리듐 인광소재.

청구항 6

제1 항에 있어서,

상기 리간드를 메인 리간드로 갖고, 보조 리간드를 더 포함하는 이종리간드 이리듐 착화합물을 포함하는 이리듐 인광소재.

청구항 7

페닐-피리딘의 상기 페닐기에 입체장애 페닐이 도입된 리간드를 준비하는 단계;

상기 리간드 및 이리듐 화합물을 포함하는 소스 용액을 제조하는 단계; 및

상기 소스 용액을 반응시켜, 상기 리간드가 3배위된 제 5항에 따른 이리듐 인광소재를 제조하는 단계를 포함하

는 이리듐 인광소재의 제조 방법.

청구항 8

페닐-피리딘의 상기 페닐기에 입체장애 페닐이 도입된 리간드를 준비하는 단계;

상기 리간드 및 이리듐 화합물을 포함하는 제1 혼합 용액을 준비하는 단계;

상기 제1 혼합 용액을 반응시켜, 상기 리간드 및 상기 이리듐 화합물의 이리듐이 결합된 이리듐 다이머를 제조하는 단계;

상기 이리듐 다이머 및 보조 리간드를 포함하는 제2 혼합 용액을 준비하는 단계; 및

상기 제2 혼합 용액을 반응시켜, 상기 리간드를 메인 리간드로 갖는 제 6항에 따른 이리듐 인광소재를 제조하는 단계를 포함하는 이리듐 인광소재의 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 출원은 이리듐 인광소재, 그 제조 방법, 및 이의 광물리적 특성에 관한 것으로, 보다 상세하게는, 이리듐 중심 금속, 및 상기 중심 금속에 배위되고, 입체장애 작용기가 도입된 페닐피리딘 리간드를 포함하는 이리듐 인광소재, 그 제조 방법, 및 이의 광물리적 특성에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 일반적으로, 유기 발광 다이오드(OLED)용 발광 소재는 CIE1931 색좌표에 의해 색이 표현될 수 있다. 이 때, 적색, 녹색, 및 청색의 기준 색좌표 값은 각각 (0.735, 0.265), (0.274, 0.717), 및 (0.167, 0.009)이다. 보통, RGB의 픽셀로 구현되는 디스플레이용 발광물질은 기준 색좌표 값을 나타내도록 제조된다. 하지만, 조명용 발광물질은 용도에 따라 기준 색좌표 값과 다르게 제조될 수 있다.

[0003] 발광물질의 발광파장 영역은 2개 이상의 메인 리간드에 의해 정해질 수 있다. 따라서, 발광효율이 잘 알려진 메인 리간드를 선택하고, 미세한 색좌표 값의 조절을 위해, 보조리간드를 제공하거나, 메인 리간드에 다양한 치환기를 도입시켜, 발광물질을 제조하는 연구가 진행되고 있다.

[0004] 예를 들어, 대한민국 공개 특허 공보 10-2014-0027315(출원번호 10-2013-7031102)에는 아릴-2-[1,3,5]트리아진을 리간드로 포함하는 유기 금속 착제로서, 상기 [1,3,5]트리아진의 4번 위치에 치환 또는 무치환의 탄소수1~탄소수4의 알킬기, 치환 또는 무치환의 탄소수5~탄소수7의 단환식 포화 탄화수소, 치환 또는 무치환의 탄소수7~탄소수10의 포화 탄화수소, 및 치환 또는 무치환의 탄소수6~탄소수10의 아릴기 중 어느 하나를 나타내고, 6번 위치에 수소, 치환 또는 무치환의 탄소수1~탄소수4의 알킬기를 나타내고, 상기 아릴은 치환 또는 무치환의 탄소수6~탄소수10의 아릴렌기를 나타내고, 상기 금속은 제9족 원소 또는 제10족 원소를 나타내는 유기 금속 착제가 개시된다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 본 발명이 해결하고자 하는 일 기술적 과제는, 이리듐 중심 금속, 및 상기 중심 금속에 2좌 배위자이고, 입체장애 페닐이 도입된 페닐-피리딘 리간드를 포함하는 이리듐 인광소재, 그 제조 방법, 및 이의 광물리적 특성을 제공하는 데 있다.

[0006] 본 발명이 해결하고자 하는 또 다른 기술적 과제는, 입체장애 작용기를 포함하며, 발광 파장 및 색좌표가 튜닝된 이리듐 인광소재, 그 제조 방법, 및 이의 광물리적 특성을 제공하는 데 있다.

[0007] 본 발명이 해결하고자 하는 기술적 과제는 상술된 것에 제한되지 않는다.

과제의 해결 수단

- [0008] 본 발명이 해결하고자 하는 일 기술적 과제는, 이리듐 인광소재를 제공하는 데 있다.
- [0009] 일 실시 예에 따르면, 상기 이리듐 인광소재는, 이리듐을 포함하는 중심 금속, 및 상기 중심 금속의 2차 배위자이고, 입체장애 페닐기가 도입된 페닐-피리딘 리간드를 포함하되, 상기 입체장애 페닐은, 상기 리간드의 페닐기의 오르토(ortho) 위치에 도입되는 것을 포함할 수 있다.
- [0010] 일 실시 예에 따르면, 상기 입체장애 페닐은, 페닐, 메틸페닐 또는 2,6-디메틸페닐 중에서 적어도 어느 하나인 것을 포함할 수 있다.
- [0011] 일 실시 예에 따르면, 상기 이리듐 인광소재는, 상기 입체장애 페닐의 분자량이 커질수록, 발광과장이 증가하는 것을 포함할 수 있다.
- [0012] 일 실시 예에 따르면, 상기 이리듐 인광소재는, 상기 입체장애 페닐의 종류에 따라, 광특성이 조절되어, 인광 메커니즘이 변화되는 것을 포함할 수 있다.
- [0013] 일 실시 예에 따르면, 상기 이리듐 인광소재는, 녹색 발광 물질인 것을 포함할 수 있다.
- [0014] 일 실시 예에 따르면, 상기 이리듐 인광소재는, 상기 리간드를 동종리간드로 포함하는 동종리간드 이리듐 착화합물을 포함할 수 있다.
- [0015] 일 실시 예에 따르면, 상기 이리듐 인광소재는, 상기 리간드를 메인 리간드로 갖고, 보조 리간드를 더 포함하는 이종리간드 이리듐 착화합물을 포함할 수 있다.

- [0017] 본 발명이 해결하고자 하는 일 기술적 과제는, 이리듐 인광소재의 제조 방법을 제공하는 데 있다.
- [0018] 일 실시 예에 따르면, 상기 이리듐 인광소재의 제조 방법은, 페닐-피리딘의 상기 페닐기에 입체장애 페닐이 도입된 리간드를 준비하는 단계, 상기 리간드 및 이리듐 화합물을 포함하는 소스 용액을 제조하는 단계, 및 상기 소스 용액을 반응시켜, 상기 리간드가 3배위된 상기 이리듐 인광소재를 제조하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0019] 일 실시 예에 따르면, 상기 이리듐 인광소재의 제조 방법은, 페닐-피리딘의 상기 페닐기에 입체장애 페닐이 도입된 리간드를 준비하는 단계, 상기 리간드 및 이리듐 화합물을 포함하는 제1 혼합 용액을 준비하는 단계, 상기 제1 혼합 용액을 반응시켜, 상기 리간드 및 상기 이리듐 화합물의 이리듐이 결합된 이리듐 다이머를 제조하는 단계, 상기 이리듐 다이머 및 보조 리간드를 포함하는 제2 혼합 용액을 준비하는 단계, 및 상기 제2 혼합 용액을 반응시켜, 상기 리간드를 메인 리간드로 갖는 상기 이리듐 인광소재를 제조하는 단계를 포함할 수 있다.

발명의 효과

- [0020] 본 발명의 실시 예에 따른, 이리듐 인광소재는, 이리듐을 포함하는 중심 금속 및 상기 중심 금속의 2차 배위자이고, 입체장애 페닐기가 도입된 페닐-피리딘 리간드를 포함할 수 있다.
- [0021] 상기 입체장애 페닐은, 페닐, 메틸페닐 또는 2,6-디메틸페닐 중에서 적어도 어느 하나일 수 있고, 상기 리간드의 페닐기의 오르토(ortho) 위치에 도입될 수 있다. 이에 따라, 상기 입체장애 페닐은 상기 이리듐 인광소재에 입체장애 효과를 용이하게 제공할 수 있다.
- [0022] 또한, 상기 입체장애 페닐의 분자량이 증가될수록, 상기 이리듐 인광소재의 발광과장이 증가할 수 있다. 즉, 상기 입체장애 페닐의 종류에 따라, 상기 이리듐 인광소재의 발광특성이 변화될 수 있고, 이에 따라, 상기 이리듐 인광소재의 양자 수율 및 색좌표가 조절될 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0023] 도 1은 본 발명의 실시 예에 따른 이리듐 인광소재의 제조 방법을 나타내는 반응 메커니즘이다.
- 도 2는 본 발명의 실시 예에 따른 이리듐 인광소재의 구조, 및 발광 특성을 설명하기 위한 도면이다.
- 도 3 및 도 4는 본 발명의 실시 예에 따른 리간드의 밀도함수이론(DFT) 계산에 의한 최적의 구조를 나타내는 이미지이다.
- 도 5은 본 발명의 실시 예에 따른 리간드 및 이리듐 착화합물의 흡광 스펙트럼을 나타내는 그래프이다.
- 도 6은 본 발명의 실시 예에 따른 이리듐 착화합물의 발광 스펙트럼을 나타내는 그래프이다.

도 7 및 도 8은 본 발명의 실시 예에 따른 이리듐 착화합물의 밀도함수이론(DFT) 계산에 의한 최적의 구조를 나타내는 이미지이다.

도 9은 본 발명의 실시 예에 따른 이리듐 착화합물의 시간에 따른 발광 감쇄(decay)를 나타내는 그래프이다.

도 10은 본 발명의 실시 예에 따른 이리듐 착화합물의 비발광 감쇄 속도 상수를 도시한 그래프이다.

도 11 및 도 12은 본 발명의 실시 예에 따른 이리듐 착화합물의 경계 분자 오비탈(frontier molecular orbital)을 나타내는 도면이다.

도 13는 본 발명의 실시 예에 따른 이리듐 착화합물의 순환전압전류법(Cyclic voltammetry)의 결과를 나타내는 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0024] 이하, 첨부된 도면들을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시 예를 상세히 설명할 것이다. 그러나 본 발명의 기술적 사상은 여기서 설명되는 실시 예에 한정되지 않고 다른 형태로 구체화 될 수도 있다. 오히려, 여기서 소개되는 실시 예는 개시된 내용이 철저하고 완전해질 수 있도록 그리고 당업자에게 본 발명의 사상이 충분히 전달될 수 있도록 하기 위해 제공되는 것이다.
- [0025] 본 명세서에서, 어떤 구성요소가 다른 구성요소 상에 있다고 언급되는 경우에 그것은 다른 구성요소 상에 직접 형성될 수 있거나 또는 그들 사이에 제 3의 구성요소가 개재될 수도 있다는 것을 의미한다. 또한, 도면들에 있어서, 막 및 영역들의 두께는 기술적 내용의 효과적인 설명을 위해 과장된 것이다.
- [0026] 또한, 본 명세서의 다양한 실시 예 들에서 제1, 제2, 제3 등의 용어가 다양한 구성요소들을 기술하기 위해서 사용되었지만, 이들 구성요소들이 이 같은 용어들에 의해서 한정되어서는 안 된다. 이들 용어들은 단지 어느 구성요소를 다른 구성요소와 구별시키기 위해서 사용되었을 뿐이다. 따라서, 어느 한 실시 예에 제 1 구성요소로 언급된 것이 다른 실시 예에서는 제 2 구성요소로 언급될 수도 있다. 여기에 설명되고 예시되는 각 실시 예는 그것의 상보적인 실시 예도 포함한다. 또한, 본 명세서에서 '및/또는'은 전후에 나열한 구성요소들 중 적어도 하나를 포함하는 의미로 사용되었다.
- [0027] 명세서에서 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한 복수의 표현을 포함한다. 또한, "포함하다" 또는 "가지다" 등의 용어는 명세서상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 구성요소 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징이나 숫자, 단계, 구성요소 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 배제하는 것으로 이해되어서는 안 된다.
- [0028] 또한, 하기에서 본 발명을 설명함에 있어 관련된 공지 기능 또는 구성에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우에는 그 상세한 설명은 생략할 것이다.
- [0030] 도 1은 본 발명의 실시 예에 따른 이리듐 인광소재의 제조 방법을 나타내는 반응 메커니즘이고, 도 2는 본 발명의 실시 예에 따른 이리듐 인광소재의 구조, 및 발광 특성을 설명하기 위한 도면이다.
- [0031] 일 실시 예에 따르면, 이리듐을 포함하는 중심 금속, 및 상기 중심 금속의 2차 배위자이고, 입체장애 페닐이 도입된 페닐-피리딘 리간드를 포함하는 이리듐 인광소재가 제조될 수 있다. 여기서, 상기 입체장애 페닐은 상기 리간드의 페닐기의 오르토(ortho) 위치에 도입될 수 있고, 상기 입체장애 페닐은 페닐, 메틸페닐, 또는 2,6-디메틸페닐 중에서 적어도 어느 하나일 수 있다. 예를 들어, 상기 입체장애 페닐은 상기 페닐기의 오르토(ortho) 위치에 도입될 수 있다. 또는, 다른 예를 들어, 상기 입체장애 페닐은 상기 페닐기의 메타(meta) 또는 파라(para) 중에서 어느 하나의 위치에 도입될 수 있다.
- [0032] 일 실시 예에 따르면, 상기 이리듐 인광소재는 상기 리간드를 동종리간드로 포함하는 동종리간드 이리듐 착화합물일 수 있다. 이 때, 상기 입체장애 페닐의 분자량이 커질수록, 입체장애 효과가 커질 수 있다. 이에 따라, 상기 동종리간드 이리듐 착화합물의 발광파장이 장파장으로 증가할 수 있다.
- [0033] 예를 들어, 도 1에 도시된 바와 같이, 이리듐 화합물 및 상기 리간드를 포함하는 소스 용액이 제조될 수 있다. 상기 소스 용액을 반응시켜, 상기 이리듐 화합물의 이리듐 금속, 및 상기 리간드가 결합된 이리듐 다이머가 제조될 수 있다. 이 때, 상기 소스 용액은 상기 이리듐 화합물 및 상기 리간드를 1:2 내지 1:2.5의 몰비로 포함할 수 있다. 상술된 바에 따라 제조된 상기 이리듐 다이머 및 상기 리간드는 1:2 내지 1:2.5의 몰비로 반응할

있다. 이에 따라, 높은 수율로 상기 동종리간드 이리듐 착화합물이 제조될 수 있다.

[0034] 다른 예를 들어, 상기 동종리간드 이리듐 착화합물은 상기 이리듐 화합물 및 상기 리간드를 1:3 내지 1:3.5의 몰비로 반응시켜, 제조될 수 있다. 다시 말하면, 상기 동종리간드 이리듐 착화합물의 하나의 단계로 제조될 수 있고, 이에 따라, 상기 동종리간드 이리듐 착화합물의 제조 공정에 소요되는 시간이 감소될 수 있다.

[0035] 다른 실시 예에 따르면, 상기 이리듐 인광소재는 상기 리간드를 메인 리간드로 갖고, 보조 리간드를 더 포함하는 이종리간드 이리듐 착화합물일 수 있다. 이에 따라, 상기 보조 리간드는 상기 이종리간드 이리듐 착화합물의 발광 파장을 미세하게 조정할 수 있다. 예를 들어, 상기 보조 리간드는 에세틸아세토네이트(acac), 페닐피리딘, 피리딜이미다졸 등에서 선택되는 적어도 어느 하나일 수 있다

[0036] 구체적으로 예를 들어, 상기 이종리간드 이리듐 착화합물은 도 1에 도시된 바와 같이 제조된 상기 이리듐 다이머 및 보조 리간드를 반응시켜 제조될 수 있다. 이 때, 상기 이리듐 다이머 및 상기 보조 리간드는 1:2 내지 1:2.5의 몰비로 반응할 수 있다.

[0037] 일 실시 예에 따르면, 상술된 바와 같이, 상기 입체장애 페닐의 종류에 따라, 상기 이리듐 인광소재의 발광특성이 변화될 수 있다. 구체적으로, 상기 입체장애 페닐의 부피가 커질수록(bulky), 상기 입체장애 페닐이 포함되는 제1 평면과, 상기 리간드가 포함되는 제2 평면 간의 결합 각도가 증가될 수 있다. 즉, 도 2에 도시된 바와 같이, 상기 입체장애 페닐의 부피가 커질수록, 상기 입체장애 페닐에 의한 상기 이리듐 인광소재의 입체장애 효과가 증가될 수 있다. 구체적으로 예를 들어, 상기 입체장애 페닐이 페닐인 경우, 상기 결합 각도는 61.2° 일 수 있다. 다른 예를 들어, 상기 입체장애 페닐이 메틸페닐인 경우, 상기 결합 각도는 81.6° 일 수 있다. 또 다른 예를 들어, 상기 입체장애 페닐이 2,6-디메틸페닐인 경우, 상기 결합 각도는 89.3° 일 수 있다.

[0038] 이 때, 일 실시 예에 따르면, 상기 이리듐 인광소재는 녹색 발광 물질일 수 있다. 따라서, 상기 입체장애 페닐의 부피가 커질수록, 상기 이리듐 인광소재의 C.I.E 색좌표의 x 값은 감소될 수 있고, 동시에, 상기 C.I.E 색좌표의 y 값은 증가될 수 있다. 즉, 상기 입체장애 페닐의 부피가 커질수록, 상기 이리듐 인광소재의 발광파장이 증가될 수 있다.

[0040] 상술된 바에 따라, 이리듐을 포함하는 중심 금속, 및 상기 중심 금속에 2좌 배위자이고, 상기 입체장애 페닐이 도입된 상기 페닐피리딘 리간드를 포함하는 상기 이리듐 인광소재가 제조될 수 있다.

[0041] 구체적으로, 상기 입체장애 페닐은 상기 리간드의 상기 페닐기의 오르토 위치에 도입될 수 있다. 이에 따라, 상기 입체장애 페닐이 상기 페닐기의 메타 위치 또는 파라 위치에 도입되는 경우에 비하여, 상기 이리듐 인광소재에 더 큰 입체장애 효과를 제공할 수 있다.

[0042] 또한, 상기 입체장애 페닐의 부피가 증가될수록, 상기 리간드를 포함하는 평면과 상기 입체장애 페닐을 포함하는 평면 간의 상기 결합 각도가 증가될 수 있고, 이에 따라, 상기 이리듐 인광소재의 발광파장이 증가될 수 있다.

[0043] 즉, 상술된 바와 같이, 상기 입체장애 페닐의 종류에 따라, 발광특성이 조절된 상기 이리듐 인광소재가 제공될 수 있다.

[0044] 일 실시 예에 따르면, 상술된 바와 같이, 상기 이리듐 인광소재는 입체 장애가 큰 상기 작용기가 도입되며, 상기 이리듐 인광소재 간의 분자간 인력이 약화될 수 있다. 이에 따라, 상기 이리듐 인광소재의 승화정제(sublimation) 온도가 감소할 수 있다. 따라서, 상기 승화정제 공정에 소요되는 시간 및 비용이 감소할 수 있다.

[0045] 또한, 상기 이리듐 인광소재는 상기 작용기가 도입되며, 유기용매에 대한 용해도가 증가할 수 있다. 이에 따라, 상기 이리듐 인광소재가 표시장치에 제공되는 경우, 상기 이리듐 인광소재를 포함하는 상기 발광층은 용액 공정으로 용이하게 제조될 수 있다. 상기 용액 공정은, 그라비아-코팅, 바-코팅, 다이-코팅 등에서 선택되는 어느 하나 일 수 있다.

[0047] 이하, 상술된 본 발명의 실시 예에 따른 이리듐 착화합물의 구체적인 제조 방법 및 특성 평가 결과가 설명된다.

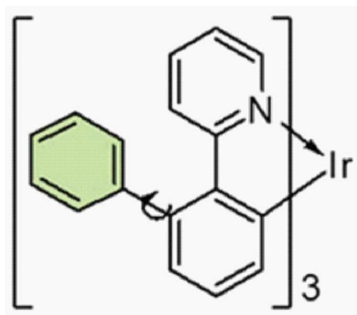
[0048] 실험 예 1-1에 따른 리간드(Ph-ppv)의 제조

- [0049] 2-페닐피리딘 (0.5mmol), 팔라듐(II) 아세테이트 (0.025mmol), 벤조일 퍼옥사이드 (1mmol), 아세토니트릴 1mL 및 아세트산 1mL의 혼합 용액을 100℃의 온도에서 2시간 동안 반응시켰다.
- [0050] 상기 반응의 결과물을 상온으로 냉각시킨 후, 실리카겔로 필터링하였다. 필터링된 상기 결과물을 농축시킨 후, 에틸 아세테이트에 용해시켰다. 탄산수소나트륨 포화수용액에 상기 결과물을 처리한 후, 디클로로메탄에 추출하였다. 추출된 상기 결과물에 황산나트륨을 첨가하여 수분을 제거한 후, 로터리 증발기에 건조시켰다. 이 후, 실리카 겔 판크로마토그래피하여, 실험 예 1-1에 따른 리간드(Ph-ppy)를 제조하였다.
- [0052] 실험 예 1-2에 따른 리간드(MePh-ppy)의 제조
- [0053] 3-메틸-2-페닐피리딘 (0.5mmol), 팔라듐(II) 아세테이트 (0.025mmol), 벤조일 퍼옥사이드 (1mmol), 아세토니트릴 1mL 및 아세트산 1mL의 혼합 용액을 100℃의 온도에서 2시간 동안 반응시켰다.
- [0054] 상기 반응의 결과물을 상온으로 냉각시킨 후, 실리카겔로 필터링하였다. 필터링된 상기 결과물을 농축시킨 후, 에틸 아세테이트에 용해시켰다. 탄산수소나트륨 포화수용액에 상기 결과물을 처리한 후, 디클로로메탄에 추출하였다. 추출된 상기 결과물에 황산나트륨을 첨가하여 수분을 제거한 후, 로터리 증발기에 건조시켰다. 이 후, 실리카 겔 판크로마토그래피하여, 실험 예 1-2에 따른 리간드(MePh-ppy)를 제조하였다.
- [0056] 실험 예 1-3에 따른 리간드(diMePh-ppy)의 제조
- [0057] 2-(2-브로모페닐)피리딘 3g(12.8mmol), 2,6-디메틸페닐보론산 2.61g(19.2mmol), 팔라듐(II) 아세테이트 0.29g(1.28mmol), 트리페닐포스핀 옥사이드 0.71g(2.56mmol), 플루오로화세슘 3.89g(25.6mmol) 및 테트라하이드로퓨란 120mL의 혼합 용액을 70℃의 온도에서 24시간 동안 교반하여 반응시켰다.
- [0058] 상기 반응의 결과물을 에틸 아세테이트로 추출하고, 증류수로 세척한 후, 황산마그네슘으로 상기 반응의 결과물을 건조시켰다.
- [0059] 건조된 상기 결과물을 필터링하고, 용매를 제거한 후, 실리카겔 컬럼크로마토그래피하였다. 이 때, 전개액은 에틸 아세테이트:n-헥산을 1:9의 부피비로 사용하여, 실험 예 1-3에 따른 리간드(diMePh-ppy)를 제조하였다.
- [0061] 비교 예 1-1에 따른 리간드(ppy)의 제조
- [0062] 2-페닐피리딘을 준비하여, 비교 예 1-1에 따른 리간드(ppy)를 제조하였다.
- [0064] 비교 예 1-2에 따른 리간드(Me-ppy)의 제조
- [0065] 2-브로모피리딘 1.84mL(20mmol), 2-메틸페닐보론산 4.08g(30mmol), 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐(0) 231mg(0.2mmol), 탄산칼륨 5.52g(40mmol) 및 에탄올 30mL를 혼합한 후, 100℃의 온도에서 15시간 환류하여 반응시켰다.
- [0066] 반응이 종료된 후, 상온으로 냉각시킨 반응 생성물에 1M 수산화나트륨 수용액을 첨가하였다. 이 후, 에틸아세테이트 용매에 추출하고, 추출된 상기 반응 생성물에 황산마그네슘을 첨가하여 수분을 제거하였다. 용매를 제거한 후 실리카겔 판크로마토그래피하여, 비교 예 1-2에 따른 리간드(Me-ppy)를 제조하였다.
- [0067]
- [0068] 실험 예 2-1에 따른 이리듐 착화합물(Ir(Ph-ppy)₃)의 제조
- [0069] 질소 분위기 하에서, 이리듐(III) 클로라이드 0.50g(1.79mmol)을 실험 예 1-1에 따른 리간드(Ph-ppy) 1.04g(4.48mmol), 2-에톡시에탄올 30mL 및 증류수 10mL의 혼합 용액에 첨가하여 혼합물을 제조하였다.
- [0070] 상기 혼합물을 130℃의 온도에서 12시간 이상 교반하며 환류하여 반응시켰다. 반응된 상기 혼합물을 상온으로 냉각시킨 후, 50mL의 증류수를 첨가하여 침전물을 생성하였다. 생성된 상기 침전물을 헥산으로 세척하였다.
- [0071] 질소 분위기 하에서 세척된 상기 침전물 1.12g(0.81mmol), 실험 예 1-1에 따른 리간드(Ph-ppy)

0.56g(2.43mmol), 탄산칼륨 0.56g(4.05mmol), 및 글리세롤 5mL를 혼합한 후, 250℃의 온도에서 72시간동안 환류하여 반응시켰다.

[0072] 반응 생성물을 상온으로 냉각시킨 후, 증류수를 첨가하여 상분리시켰다. 상분리된 상기 반응 생성물 중에서 유기물층을 디클로로메탄으로 추출한 후, 황산마그네슘을 첨가하여 수분을 제거하였다. 상기 혼합물을 속성 크로마토그래피(flash chromatography)하여, 아래의 <화학식 1>로 표기되는 실험 예 1-1에 따른 이리듐 착화합물($\text{Ir}(\text{Ph-ppy})_3$)을 제조하였다.

[0073] <화학식 1>

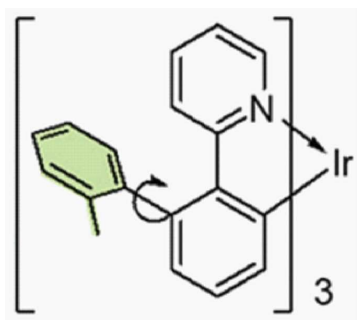


[0074]

[0076] 실험 예 2-2에 따른 이리듐 착화합물($\text{Ir}(\text{MePh-ppy})_3$)의 제조

[0077] 실험 예 2-1과 동일한 방법으로 수행하되, 이리듐(III) 클로라이드 0.50g(1.79mmol)을 실험 예 1-1에 따른 리간드(Ph-ppy) 1.04g(4.48mmol) 대신, 이리듐(III) 클로라이드 0.27g(0.92mmol)을 실험 예 1-2에 따른 리간드(MePh-ppy) 0.5g(2.04mmol)을 혼합하였다. 이 후, 세척된 상기 침전물 1.12g(0.81mmol), 실험 예 1-1에 따른 리간드(Ph-ppy) 0.56g(2.43mmol), 탄산칼륨 0.56g(4.05mmol), 및 글리세롤 5mL 대신, 세척된 상기 침전물 0.44g(0.31mmol), 실험 예 1-2에 따른 리간드(MePh-ppy) 0.23g(0.94mmol), 탄산칼륨 0.21g(1.55mmol), 및 글리세롤 3mL을 혼합하여, 아래의 <화학식 2>로 표기되는 실험 예 2-2에 따른 이리듐 착화합물($\text{Ir}(\text{MePh-ppy})_3$)을 제조하였다.

[0078] <화학식 2>

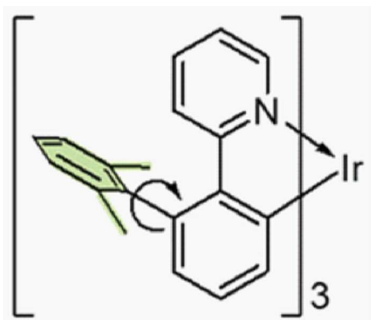


[0079]

[0081] 실험 예 2-3에 따른 이리듐 착화합물($\text{Ir}(\text{diMePh-ppy})_3$)의 제조

[0082] 실험 예 2-1과 동일한 방법으로 수행하되, 이리듐(III) 클로라이드 0.50g(1.79mmol)을 실험 예 1-1에 따른 리간드(Ph-ppy) 1.04g(4.48mmol) 대신, 이리듐(III) 클로라이드 0.52g(1.74mmol)을 실험 예 1-3에 따른 리간드(diMePh-ppy) 1.00g(3.86mmol)을 혼합하였다. 이 후, 세척된 상기 침전물 1.12g(0.81mmol), 실험 예 1-1에 따른 리간드(Ph-ppy) 0.56g(2.43mmol), 탄산칼륨 0.56g(4.05mmol), 및 글리세롤 5mL 대신, 세척된 상기 침전물 0.67g(0.45mmol), 실험 예 1-3에 따른 리간드(diMePh-ppy) 0.35g(1.35mmol), 탄산칼륨 0.31g(2.25mmol), 및 글리세롤 5mL을 혼합하여, 아래의 <화학식 3>로 표기되는 실험 예 2-3에 따른 이리듐 착화합물($\text{Ir}(\text{diMePh-ppy})_3$)을 제조하였다.

[0083] <화학식 3>

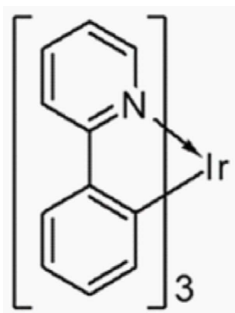


[0084]

[0086] 비교 예 2-1에 따른 이리듐 착화합물(Ir(ppy)₃)의 제조

[0087] 실험 예 2-1과 동일한 방법으로 수행하되, 실험 예 1-1에 따른 리간드(Ph-ppy) 대신, 비교 예 2-1에 따른 리간드(ppy)를 혼합하여, 아래의 <화학식 4>로 표기되는 비교 예 2-1에 따른 이리듐 착화합물(Ir(ppy)₃)을 제조하였다.

[0088] <화학식 4>

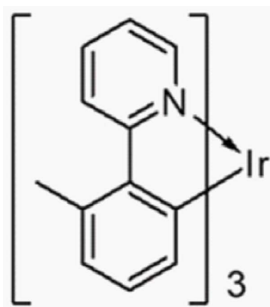


[0089]

[0091] 비교 예 2-2에 따른 이리듐 착화합물(Ir(Me-ppy)₃)의 제조

[0092] 실험 예 2-1과 동일한 방법으로 수행하되, 이리듐(III) 클로라이드 0.50g(1.79mmol)을 실험 예 1-1에 따른 리간드(Ph-ppy) 1.04g(4.48mmol) 대신, 이리듐(III) 클로라이드 0.50g(1.79mmol)을 비교 예 1-2에 따른 리간드(Me-ppy) 1.04g(4.48mmol)을 혼합하였다. 이 후, 세척된 상기 침전물 1.12g(0.81mmol), 실험 예 1-1에 따른 리간드(Ph-ppy) 0.56g(2.43mmol), 탄산칼륨 0.56g(4.05mmol), 및 글리세롤 5mL 대신, 세척된 상기 침전물 0.88g(0.73mmol), 비교 예 1-2에 따른 리간드(Me-ppy) 0.39g(2.34mmol), 탄산칼륨 0.54g(3.9mmol), 및 글리세롤 20mL을 혼합하여, 아래의 <화학식 5>로 표기되는 비교 예 1-2에 따른 이리듐 착화합물(Ir(Me-ppy)₃)을 제조하였다.

[0093] <화학식 5>



[0094]

[0095] 상술된 비교 예 2-1 내지 비교 예 2-2 및 실험 예 2-1 내지 2-3에 따른 이리듐 착화합물의 리간드의 작용기가

아래의 <표 1>에 작성되었다.

표 1

[0096]

	작용기
비교 예 2-1	-
비교 예 2-2	메틸
실험 예 2-1	페닐(입체장애 페닐)
실험 예 2-2	메틸페닐(입체장애 페닐)
실험 예 2-3	2,6-디메틸페닐(입체장애 페닐)

[0098]

도 3 및 도 4는 본 발명의 실시 예에 따른 리간드의 밀도함수이론(DFT) 계산에 의한 최적의 구조를 나타내는 이미지이다.

[0099]

도 3 및 도 4를 참조하면, 비교 예 1-1 및 실험 예 1-1 내지 실험 예 1-3 에 따른 리간드의 이면각(dihedral angle)을 확인할 수 있다. 도 3에 도시된 바와 같이, 상기 페닐-피리딘 리간드에서, 페닐과 피리딘의 결합을 포함하는 이면각(D1) 및 상기 페닐-피리딘 리간드의 페닐기, 및 상기 페닐기에 결합된 작용기를 포함하는 이면각(D2)가 아래의 <표 2>에 작성되었다.

표 2

[0100]

	D1(°)	D2(°)
비교 예 1-1	23.3	-
실험 예 1-1	45.4	52.3
실험 예 1-2	44.0	69.3
실험 예 1-3	43.6	75.2

[0101]

<표 2>에서 알 수 있듯이, 상기 리간드(Ph-ppy, MePh-ppy 및 diMePh-ppy)는 작용기를 포함하며, 페닐-피리딘의 페닐을 포함하는 평면, 및 피리딘을 포함하는 평면 간의 각도(D1)가 증가하는 것을 알 수 있다. 반면, 상기 작용기(입체장애 리간드)의 분자량이 커질수록, 상기 입체장애 효과가 증가하고, 이에 따라, 상기 페닐-피리딘 리간드(Ph-ppy, MePh-ppy 및 diMePh-ppy)의 이면각(D1)이 감소하고, 동시에, 상기 페닐을 포함하는 평면, 및 상기 작용기를 포함하는 평면 간의 각도(D2)가 증가하는 것을 확인할 수 있다.

[0103]

도 5은 본 발명의 실시 예에 따른 리간드 및 이리듐 착화합물의 흡광 스펙트럼을 나타내는 그래프이다.

[0104]

도 5의 (a)를 참조하면, 상기 페닐-피리딘 리간드(ppy)는 276 및 248nm에서 피크를 갖는 것을 알 수 있다. 이 때, 상기 페닐-피리딘 리간드(Ph-ppy, MePh-ppy 및 diMePh-ppy)는 상기 작용기를 더 포함하며, 상기 248nm의 피크가 230nm의 단파장으로 이동하고, 흡수 피크의 세기가 더 커지는 것을 알 수 있다.

[0105]

<표 2>를 참조하여 상술된 바와 같이, 상기 페닐-피리딘 리간드(Ph-ppy, MePh-ppy 및 diMePh-ppy)의 이면각(D1)이 증가하고, 이에 따라, 상기 페닐 및 피리딘 간의 π - π^* 전이(LC)가 감소할 수 있다. 이에 따라, 상기 피크가 단파장으로 이동할 수 있다. 또한, 상기 페닐-피리딘 리간드(Ph-ppy, MePh-ppy 및 diMePh-ppy)의 페닐기가 상기 작용기(입체장애 페닐)를 더 포함하며, π - π^* 전이(LC)가 증가하고, 이에 따라, 상기 230nm의 흡수 피크의 세기가 증가할 수 있다.

[0106]

도 5의 (b)를 참조하면, 상기 이리듐 착화합물은 275nm에서 π - π^* 전이(LC), 325 내지 430nm에서 스핀-허용된 금속-리간드 간의 전하 전이(^{1} MLCT), 및 430nm 초과하는 범위에서 스핀-금지된 금속-리간드 간의 전하 전이(^{3} MLCT)가 확인되었다. 이 때, 상기 이리듐 착화합물은 상기 작용기(입체장애 페닐)를 더 포함하며, 상기 흡수 피크가 장파장으로 이동한 것을 알 수 있다. 또한, 상기 작용기를 더 포함하며, 상기 흡수 피크의 세기가 증가하되, 상기 작용기의 분자량이 클수록, 상기 세기가 감소하는 것을 알 수 있다.

[0107]

[0108] 도 6은 본 발명의 실시 예에 따른 이리듐 착화합물의 발광 스펙트럼을 나타내는 그래프이다.

[0109] 도 6을 참조하면, 상온(300K) 및 극저온(77K)에서 상기 이리듐 착화합물의 최대 발광 파장, 발광 효율, 발광 및 비발광 감쇄 속도 상수 등이 <표 3>에 작성되었다.

표 3

	300K					77K	
	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	$\tau_p(\mu\text{s})$	$\Phi_p(\%)$	$k_r(10^5 \text{ s}^{-1})$	$k_{nr}(10^4 \text{ s}^{-1})$	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	$\tau_p(\mu\text{s})$
비교 예 2-1	513	1.52	97	6.4	1.8	495	4.14
비교 예 2-2	527	0.64	73	11	42	506	4.78
실험 예 2-1	527	1.36	93	6.8	5.5	509	3.22
실험 예 2-2	524	1.41	91	6.5	5.9	503	3.58
실험 예 2-3	522	1.33	88	6.6	9.2	499	3.73

[0111] 도 6의 (b) 및 <표 3>을 참조하면, 상기 이리듐 착화합물은 상온(300K) 대비 극저온(77K)에서 상기 발광 스펙트럼의 피크가 단파장으로 이동하는 것을 알 수 있다. 또한, 상기 이리듐 착화합물은 상기 발광 스펙트럼에서 진동 구조(vibronic structure)를 나타내는 것을 알 수 있다. 이에 따라, 극저온에서 상기 발광 스펙트럼 측정에 사용한 용매가 재배열되지 못하고, 유리질(glassy matrix)을 형성하는 것을 알 수 있다. 두 개의 피크 중에서 단파장의 피크는 0-0 진동 밴드의 피크이고, 나머지 하나는 0-1 진동 밴드의 피크인 것을 확인하였다. 이 때, 상기 0-0 진동 밴드의 세기 대비 상기 0-1 진동 밴드의 세기(I_{0-1}/I_{0-0})는 0.45 내지 0.58로 계산되었다. 이에 따라, 상기 작용기가 상기 발광의 진동 구조를 변화시키는 데에 실질적으로 큰 영향을 미치지 않는 것을 알 수 있다.

[0112] 반면, 도 6의 (a)에 도시된 바와 같이, 상온에서 상기 페닐-피리딘 리간드를 연결하는 탄소-탄소 결합의 스트레칭 모드(stretching mode)가 발생하고, 이에 따라, 상기 이리듐 착화합물은 실질적으로 진동 구조를 나타내지 않는 것을 알 수 있다.

[0113] 도 6의 (b) 및 <표 3>에서 알 수 있듯이, 상기 이리듐 착화합물은 상기 작용기(입체장애 페닐)를 더 포함하며, 상기 π -컨쥬게이션이 증가하고, 이에 따라, 상기 이리듐 착화합물의 발광 피크가 장파장으로 이동한 것을 알 수 있다. 반면, 상기 작용기를 더 포함하는 경우, 상기 작용기의 분자량이 커질수록, 상기 작용기는 상기 페닐기에 직각으로 배열되고, 이에 따라, 상기 π -컨쥬게이션이 감소할 수 있다. 따라서, 상기 작용기의 분자량이 커질수록, 상기 이리듐 착화합물의 발광 피크가 단파장으로 이동할 수 있다. 또한, 상기 작용기는 분자량이 커질수록, 메틸기를 더 포함하고, 이에 따라, 상기 작용기의 전자 주개 능력이 증가할 수 있다. 이에 따라, 상기 이리듐 착화합물의 발광 파장이 단파장으로 이동할 수 있다.

[0115] 도 7 및 도 8은 본 발명의 실시 예에 따른 이리듐 착화합물의 밀도함수이론(DFT) 계산에 의한 최적의 구조를 나타내는 이미지이다.

[0116] 도 7 및 도 8을 참조하면, 도 3 및 도 4를 참조하여 상술된 바와 같이, 상기 페닐-피리딘 리간드의 상기 이면각(D1) 및 상기 페닐-피리딘 리간드 및 상기 작용기 간의 이면각(D2)가 아래의 <표 4>에 작성되었다.

표 4

	D1(°)	D2(°)
비교 예 2-1	0.67	-
실험 예 2-1	12.45(12.37)	61.74(61.76)
실험 예 2-2	4.48(4.96)	81.58(81.02)
실험 예 2-3	1.55(1.51)	89.33(89.15)

[0118] <표 4>에서 알 수 있듯이, 상기 페닐-피리딘 리간드의 상기 이면각(D1)은 0.67 내지 12.5°의 범위를 갖는 것을 확인하였다. 이에 따라, 상기 페닐-피리딘 리간드가 상기 이리듐 금속과 결합하며, 실질적으로 평면의 형태를 갖는 것을 알 수 있다. 다시 말하면, 상기 페닐-피리딘 리간드에서 페닐을 포함하는 평면, 및 피리딘을 포함하

는 평면이 실질적으로 동일한 평면인 것을 알 수 있다. 이에 따라, <표 2>를 참조하여 상술된 상기 이면각(D2)보다 상기 이리듐 착화합물의 이면각(D2)가 더 증가한 것을 알 수 있다. 이 때, 상기 이리듐 착화합물의 이면각(D2)는 <표 2>를 참조하여 상술된 바와 같이, 상기 작용기(입체장애 페닐)의 분자량이 커질수록 증가하는 것을 알 수 있다.

[0119] 도 9은 본 발명의 실시 예에 따른 이리듐 착화합물의 시간에 따른 발광 감쇄(decay)를 나타내는 그래프이고, 도 10은 본 발명의 실시 예에 따른 이리듐 착화합물의 비발광 감쇄 속도 상수를 도시한 그래프이다.

[0120] 도 9을 참조하면, 상온(300K)에서 상기 이리듐 착화합물의 인광 수명(τ_p)이 확인될 수 있다. 이에 따라, 상기 인광 수명(τ_p)은 상기의 <표 3>에 작성되었다. 이 때, 상기 인광 수명 및 양자 효율(ϕ_p)의 값을 사용하여, 아래의 <수식 1>에 따라 발광 감쇄 속도 상수(k_r) 및 아래의 <수식 2>에 따라 비발광 감쇄 속도 상수(k_{nr})이 계산될 수 있다.

[0121] <수식 1>

$$k_r = \frac{\phi_p}{\tau_p}$$

[0123] <수식 2>

$$k_{nr} = \frac{k_r}{\phi_p} - k_r$$

[0125] <표 3>을 참조하면, 실험 예 1-1 내지 실험 예 1-3 및 비교 예 1-1에 따른 이리듐 착화합물은 실질적으로 상기 발광 감쇄 속도 상수가 일치하는 것을 알 수 있다. 반면, 상기 비발광 감쇄 속도 상수는 서로 다른 것을 알 수 있다. 이 때, 상기 비발광 감쇄 속도 상수는 아래의 <수식 3>으로 표기되는 에너지 갭 법칙(energy gap law)에 의해 분석될 수 있다.

[0126] <수식 3>

$$\ln(k_{nr}) \propto \left(-\frac{\gamma}{\hbar\omega M} \right) \times (\Delta E)$$

[0128] 여기서, ΔE 는 삼중항 여기 상태와 바닥 상태 간의 에너지 차이이고, γ 는 분자 파라미터(molecular parameter)이고, ωM 은 시스템에서 가능한 최대 및 주요 진동 주파수이다.

[0129] 이에 따라, 도 10에 도시된 바와 같이, 비교 예 2-1 및 비교 예 2-2에 따른 이리듐 착화합물(Ir(Me-ppy)₃)은 상기 에너지 차이(ΔE)에 대하여 상기 비발광 감쇄 속도 상수의 로그 함수 값이 선형적 관계인 것을 알 수 있다. 이에 따라, 도 9에 도시된 바와 같이, 비교 예 2-2에 따른 이리듐 착화합물(Ir(Me-ppy)₃)은 비교 예 2-1에 따른 이리듐 착화합물(Ir(ppy)₃)보다 기하급수적으로 상기 인광 발광이 감소하는 것을 알 수 있다.

[0130] 반면, 실험 예 1-1 내지 실험 예 1-3에 따른 이리듐 착화합물은 상기 비교 예 1-1 및 비교 예 1-2에 따른 이리듐 착화합물의 선형적 관계에서 벗어나는 것을 알 수 있다. 또한, 상기 에너지 차이(ΔE)가 커질수록, 상기 비발광 감쇄 속도 상수의 로그 함수 값이 증가하는 것을 알 수 있다. 이 때, 상기 작용기(입체장애 페닐)는 이리듐 착화합물이 용해된 용액(fluidic solution)에 회전이 어려운(rigid) 환경을 제공하고, 이에 따라, 상기 선형적 관계에서 벗어날 수 있다. 또한, 상기 작용기(입체장애 페닐)가 상기 메틸기를 더 포함하며, 진동 및 회전의 자유도가 상승하고, 이에 따라, 상기 에너지 차이(ΔE)가 커질수록, 상기 비발광 감쇄 속도가 커지는 경향이 나타나는 것을 알 수 있다.

[0132] 도 11 및 도 12은 본 발명의 실시 예에 따른 이리듐 착화합물의 경계 분자 오비탈(frontier molecular orbital)을 나타내는 도면이다.

[0133] 도 11 및 도 12을 참조하면, 상기 이리듐 착화합물의 최고준위 점유 분자궤도(HOMO), 최저준위 비점유 분자궤도

(LUMO), 상기 최고준위 점유 분자궤도와 상기 최저준위 비점유 분자궤도 간의 에너지 차이, 단일로 채워진 최저준위 분자궤도(LSOMO), 단일로 채워진 최고준위 분자궤도(HSOMO), 및 상기 단일로 채워진 최저준위 분자궤도(LSOMO)와 단일로 채워진 최고준위 분자궤도(HSOMO) 간의 에너지 차이가 아래의 <표 5>에 작성되었다.

표 5

	HOMO (eV)	LUMO (eV)	ΔE (eV)	LSOMO (eV)	HSOMO (eV)	ΔE_s (eV)
비교 예 2-1	-5.15	-1.38	3.77	-5.60	-2.76	2.84
실험 예 2-1	-5.13	-1.52	3.61	-5.56	-2.93	2.63
실험 예 2-2	-5.14	-1.45	3.68	-5.60	-2.83	2.77
실험 예 2-3	-5.14	-1.40	3.73	-5.62	-2.77	2.85

도 11를 참조하면, 상기 이리듐 착화합물의 상기 최고준위 점유 분자궤도(HOMO)는 상기 이리듐 금속 및 상기 페닐-피리딘 리간드의 상기 페닐기에 분포하는 것을 알 수 있다. 이 때, 상기 작용기(입체장애 페닐)은 상기 입체장애 효과를 가져, 상기 최고준위 점유 분자궤도(HOMO)가 분포하지 않는 것을 알 수 있다. 또한, 상기 이리듐 착화합물의 상기 최저준위 비점유 분자궤도(LUMO)는 상기 페닐-피리딘 리간드에 분포하고, 주로 상기 리간드의 상기 피리딘에 분포하는 것을 알 수 있다. 도 5의 (b)에 도시된 바와 같이, 상기 이리듐 착화합물은 상기 작용기(입체장애 페닐)를 더 포함하며, 상기 스핀-허용된 금속-리간드 간의 전하 전이(^1MLCT), 상기 스핀-금지된 금속-리간드 간의 전하 전이(^3MLCT) 및 리간드간 전하 전이(ILCT)가 중첩되고, 이에 따라, 상기 에너지 차이(ΔE)가 나타나는 것을 알 수 있다. 또한, 상기 이리듐 착화합물은 상기 최고준위 점유 분자궤도(HOMO)가 실질적으로 일치하고, 이에 따라, 상기 최저준위 비점유 분자궤도(LUMO)의 안정화를 위해, 장파장에서 흡수 스펙트럼의 차이를 보이는 것을 알 수 있다.

도 12에 도시된 바와 같이, 상기 이리듐 착화합물의 삼중항에서 전자 배치가 확인되었다. 상기 삼중항에서 전자 배치는 홀전자(unpaired electron)이 각각 상기 단일로 채워진 최저준위 분자궤도(LSOMO) 및 상기 단일로 채워진 최고준위 분자궤도(HSOMO)에 분포할 수 있다. 이 때, 상기 단일로 채워진 최저준위 분자궤도(LSOMO)는 상기 이리듐 금속 및 상기 페닐-피리딘 리간드의 페닐기에 주로 분포할 수 있다. 또한, 상기 단일로 채워진 최고준위 분자궤도(HSOMO)는 상기 페닐-피리딘 리간드에 분포할 수 있다.

이에 따라, 상기 단일로 채워진 최저준위 분자궤도(LSOMO)는 상기 최고준위 점유 분자궤도(HOMO)에 대응될 수 있고, 상기 단일로 채워진 최고준위 분자궤도(HSOMO)는 상기 최저준위 비점유 분자궤도(LUMO)에 대응될 수 있다. 또한, 상기 단일로 채워진 최저준위 분자궤도(LSOMO)와 단일로 채워진 최고준위 분자궤도(HSOMO) 간의 에너지 차이(ΔE_s)에서도 비슷한 경향을 나타내는 것을 확인하였다.

상술된 비교 예 2-1 내지 비교 예 2-2 및 실험 예 2-1 내지 실험 예 2-3에 따른 이리듐 착화합물의 단일항 및 삼중항에서의 구조의 변화를 관찰하였다. 이 때, 상기 페닐-피리딘 리간드의 상기 페닐과 상기 피리딘 결합 간의 거리($C_{ph}-C_{py}$), 상기 페닐과 상기 피리딘을 포함하는 평면 간의 이면각(D_{ph-py}), 상기 이리듐 금속과 상기 피리딘의 질소 간 결합 길이($Ir-N_{py}$), 및 상기 이리듐 금속과 상기 페닐의 탄소 간 결합 길이($Ir-C_{ph}$)에 대해 상기 단일항 및 상기 삼중항에서의 차이가 아래의 <표 6>에 작성되었다.

표 6

	ΔR_{S0-T1}			
	$C_{ph}-C_{py}$ (Å)	D_{ph-py} (°)	$Ir-N_{py}$ (Å)	$Ir-C_{ph}$ (Å)
비교 예 2-1	0.06	0.48	0.03	0
비교 예 2-2	0.06	1.03	0.03	0.04
실험 예 2-1	0.07	1.40	0.01	0.04
실험 예 2-2	0.07	3.67	0.02	0.05
실험 예 2-3	0.07	3.84	0.03	0.04

[0141] <표 6>에서 알 수 있듯이, 상기 이리듐 리간드는 상기 단일항 및 상기 삼중항에서 구조적인 차이가 실질적으로 없는 것을 알 수 있다. 이에 따라, 상기 작용기가 상기 단일항 및 상기 삼중항에서의 구조적인 차이를 발생시키지 않는 것을 알 수 있다.

[0142] 도 13는 본 발명의 실시 예에 따른 이리듐 착화합물의 순환전압전류법(Cyclic voltammetry)의 결과를 나타내는 그래프이다.

[0143] 도 13를 참조하면, 비교 예 2-1 내지 비교 예 2-2 및 실험 예 2-1 내지 실험 예 2-3에 따른 이리듐 착화합물의 산화 전위($E_{1/2}^{ox}$)가 아래의 <표 7>에 작성되었다.

표 7

[0144]

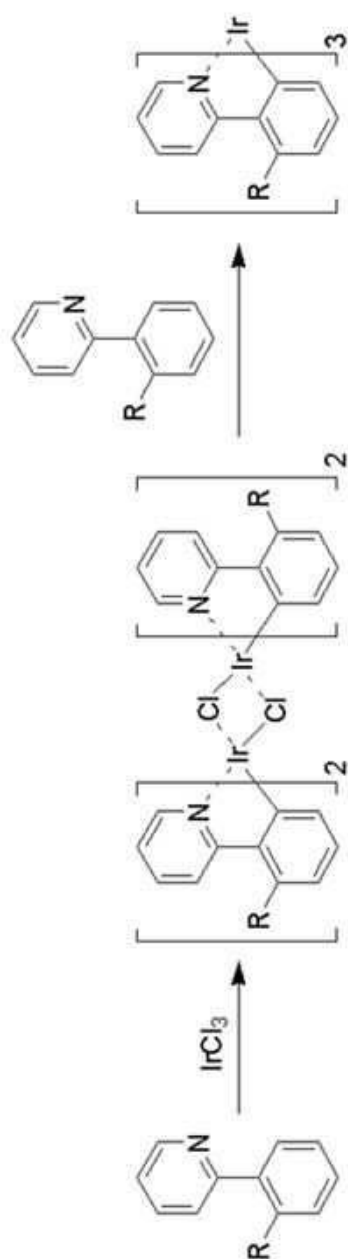
	$E_{1/2}^{ox}$ (eV)	E_{HOMO} (eV)	E_{LUMO} (eV)	E_g (eV)
비교 예 2-1	0.38	-5.18	-2.67	2.51
비교 예 2-2	0.28	-5.08	-2.63	2.45
실험 예 2-1	0.37	-5.17	-2.73	2.44
실험 예 2-2	0.34	-5.14	-2.67	2.47
실험 예 2-3	0.33	-5.13	-2.64	2.49

[0145] 도 13 및 <표 7>에서 알 수 있듯이, 비교 예 2-1 대비 비교 예 2-2에 따른 이리듐 착화합물의 상기 산화 전위는 상기 작용기로 전자 주개 그룹(EDG)을 더 포함하며, 감소하는 것을 알 수 있다. 반면, 실험 예 2-1 내지 실험 예 2-3에 따른 이리듐 착화합물은 비교 예 2-2에 따른 이리듐 착화합물($Ir(Me-ppy)_3$)보다 상기 산화 전위의 감소가 낮게 관찰되었다. 이에 따라, 상기 이리듐 착화합물은 상기 작용기(입체장애 페닐)의 상기 입체장애 효과로 상기 전자 주개 그룹의 의한 전자 밀도가 향상되는 정도가 크지 않은 것을 알 수 있다.

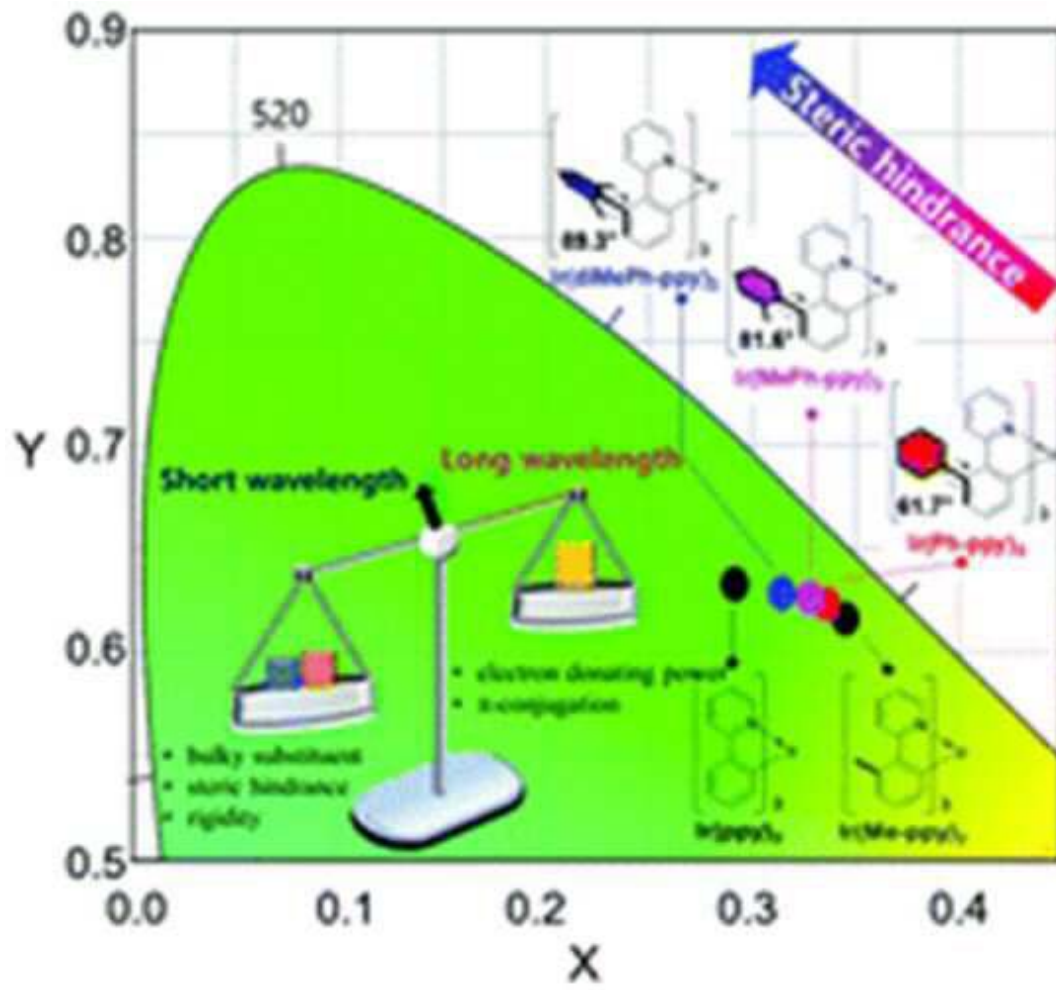
[0147] 이상, 본 발명의 바람직한 실시 예를 사용하여 상세히 설명하였으나, 본 발명의 범위는 특정 실시 예에 한정되는 것은 아니며, 첨부된 특허청구범위에 의하여 해석되어야 할 것이다. 또한, 이 기술분야에서 통상의 지식을 습득한 자라면, 본 발명의 범위에서 벗어나지 않으면서도 많은 수정과 변형이 가능함을 이해하여야 할 것이다.

도면

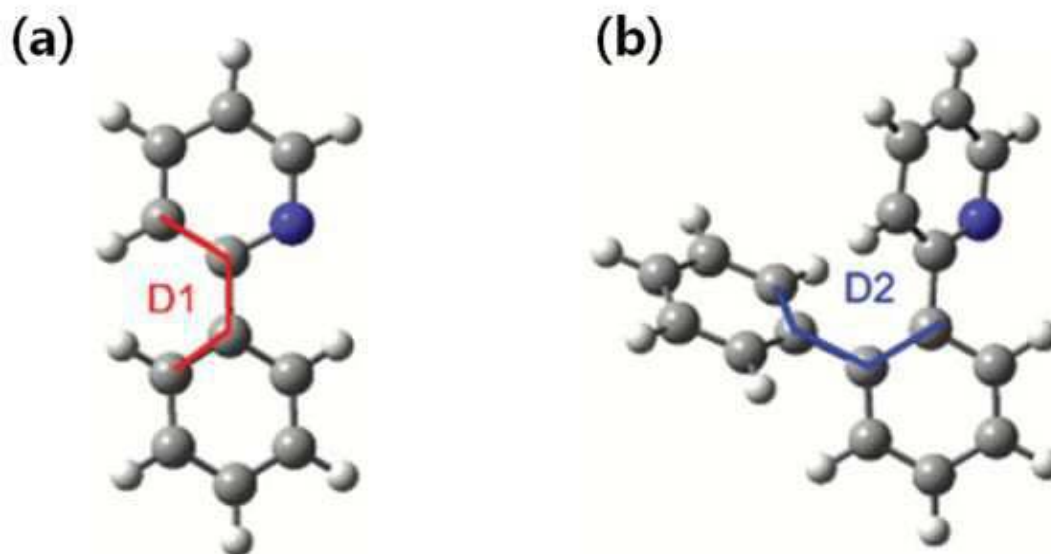
도면1



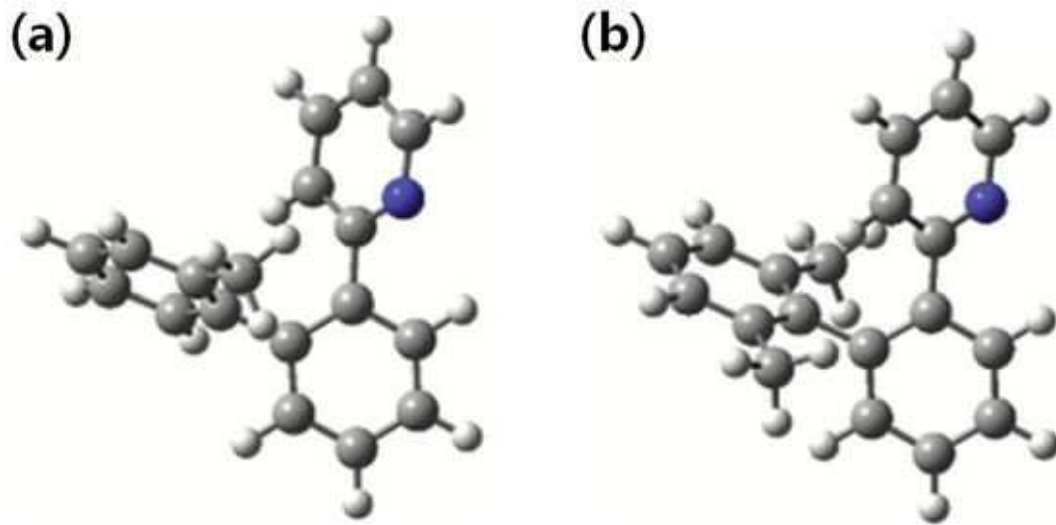
도면2



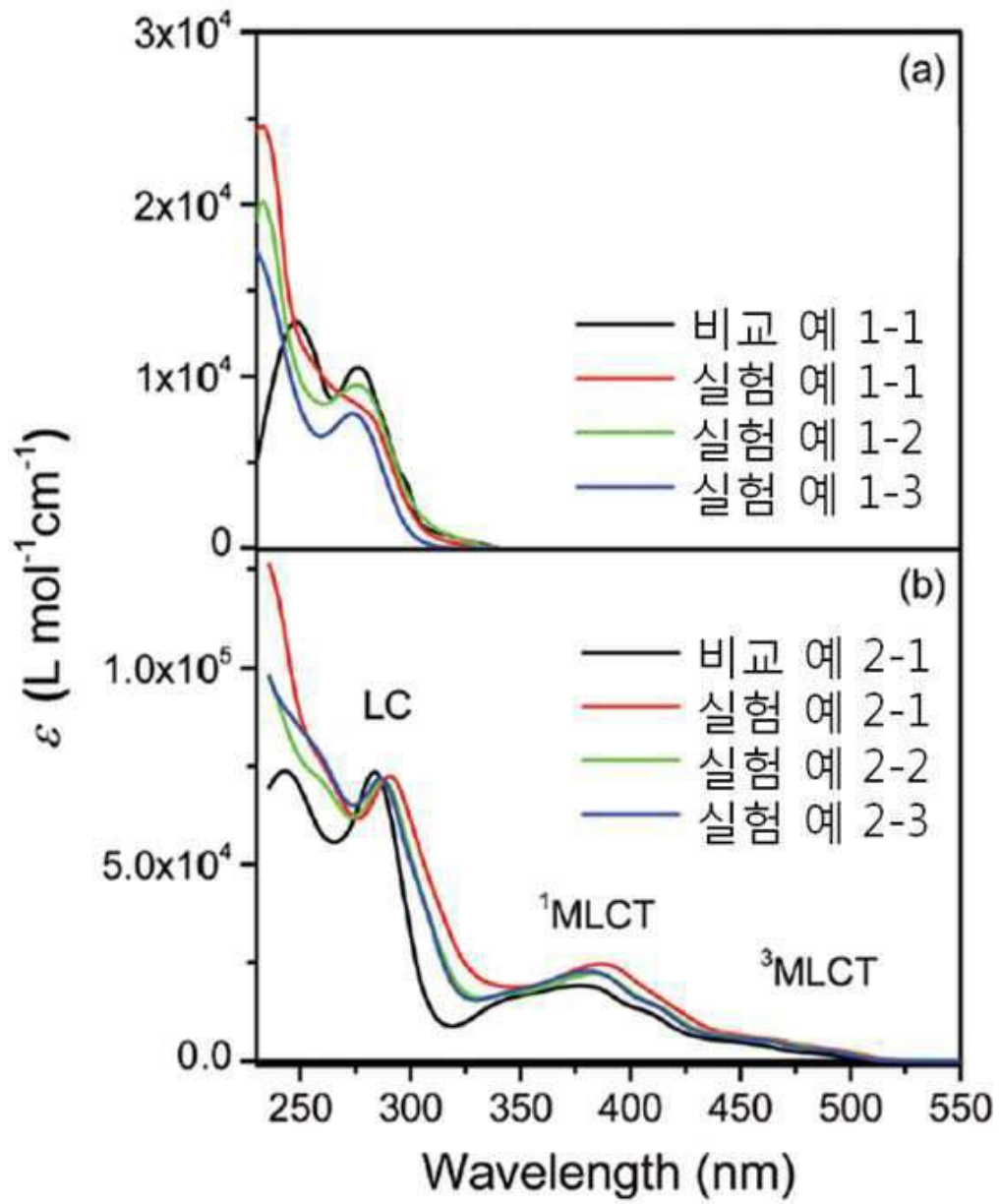
도면3



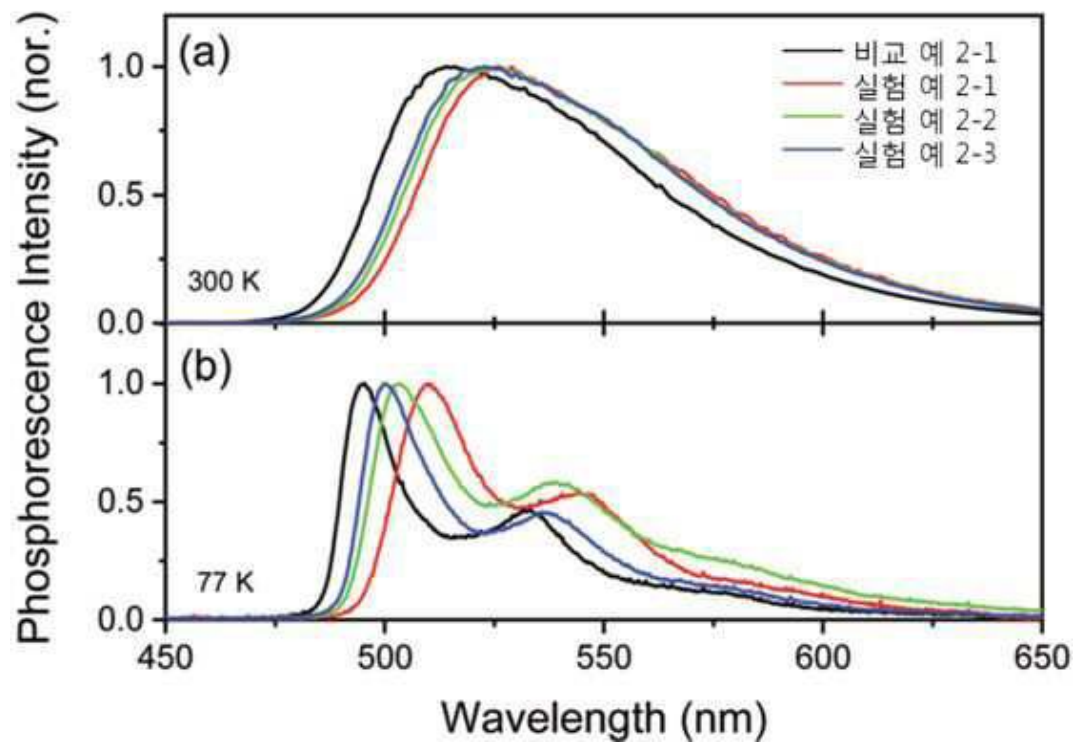
도면4



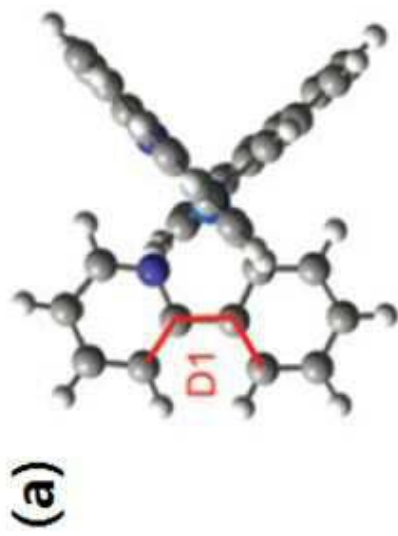
도면5



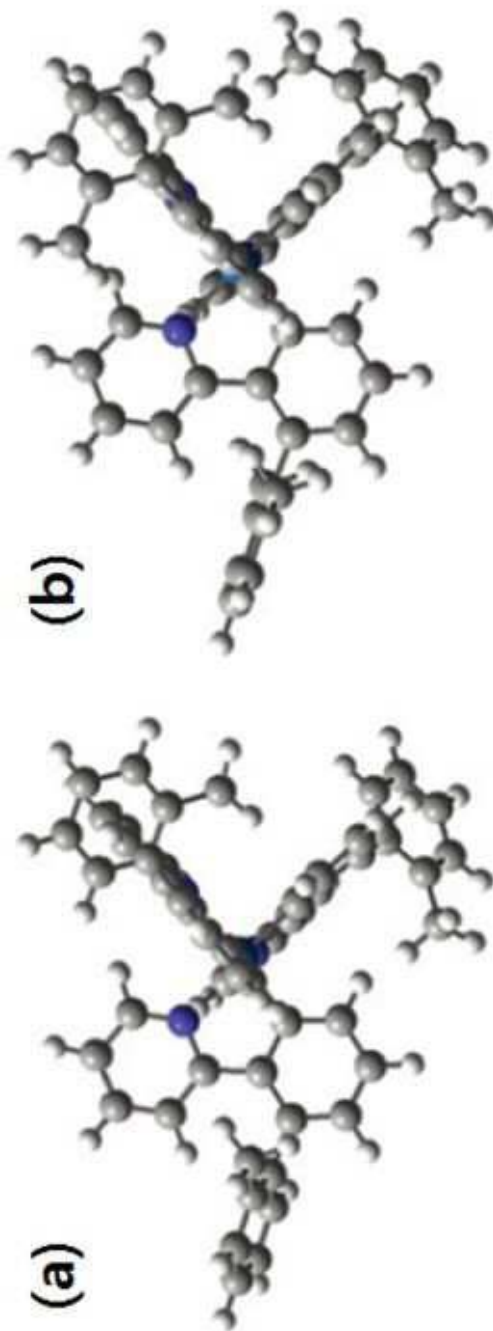
도면6



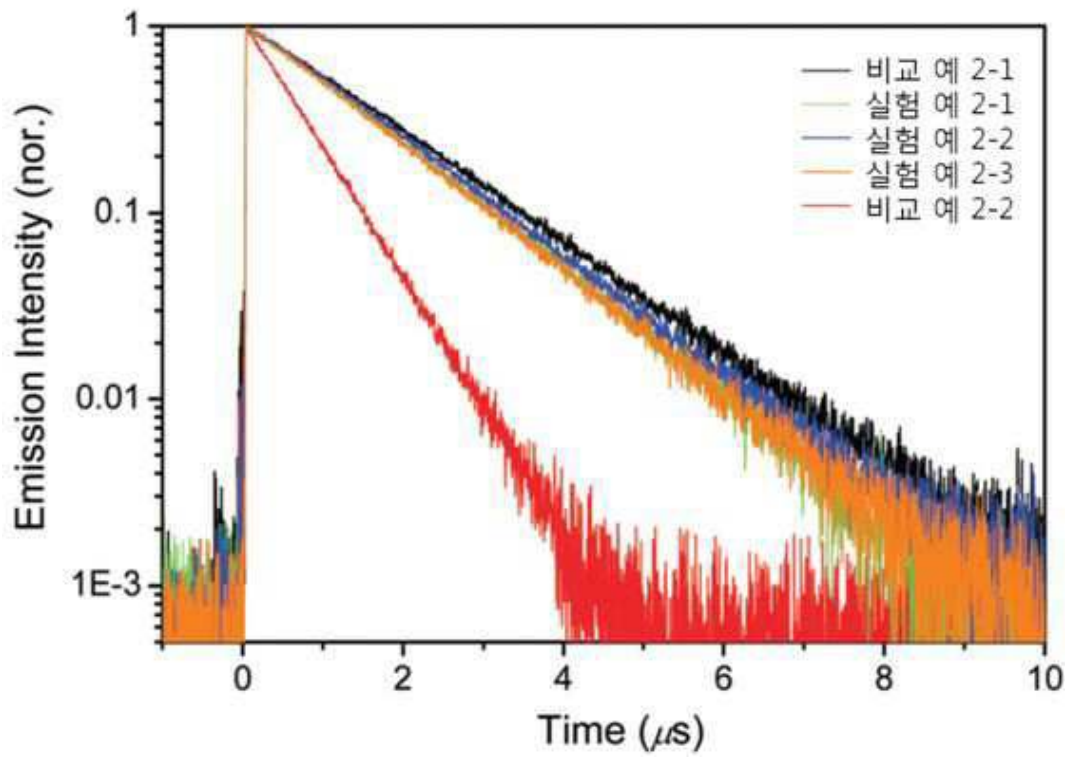
도면7



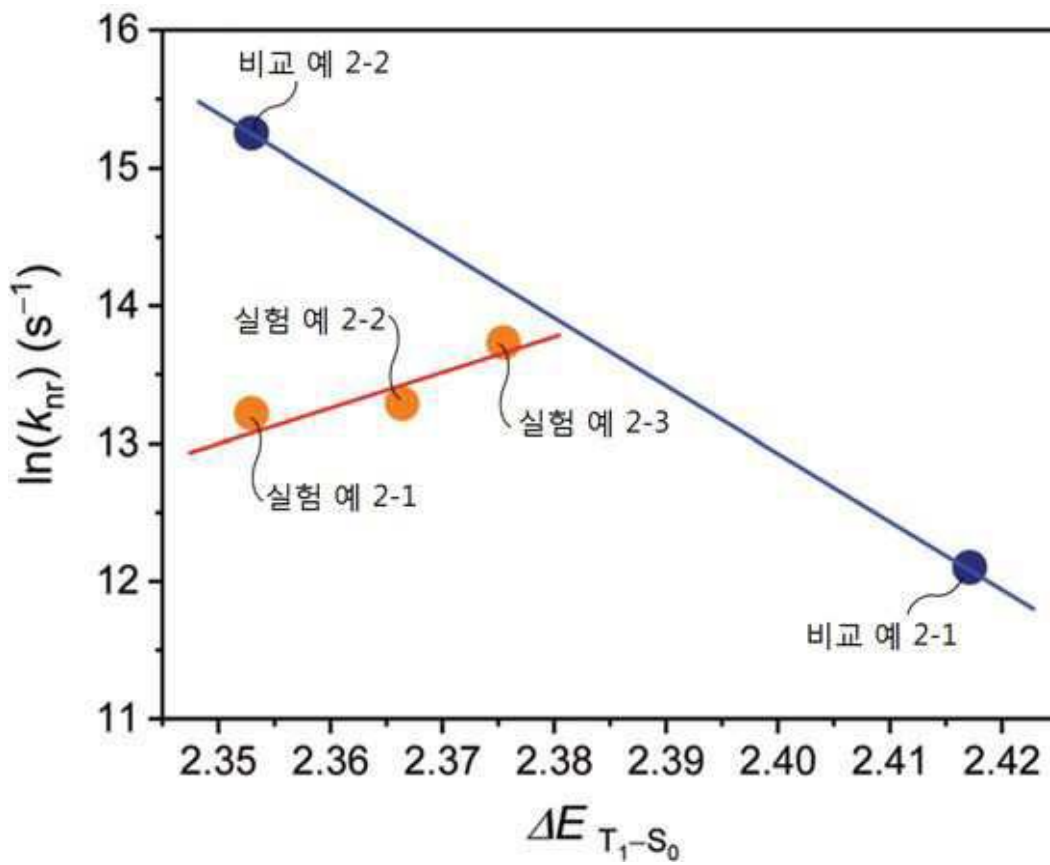
도면8



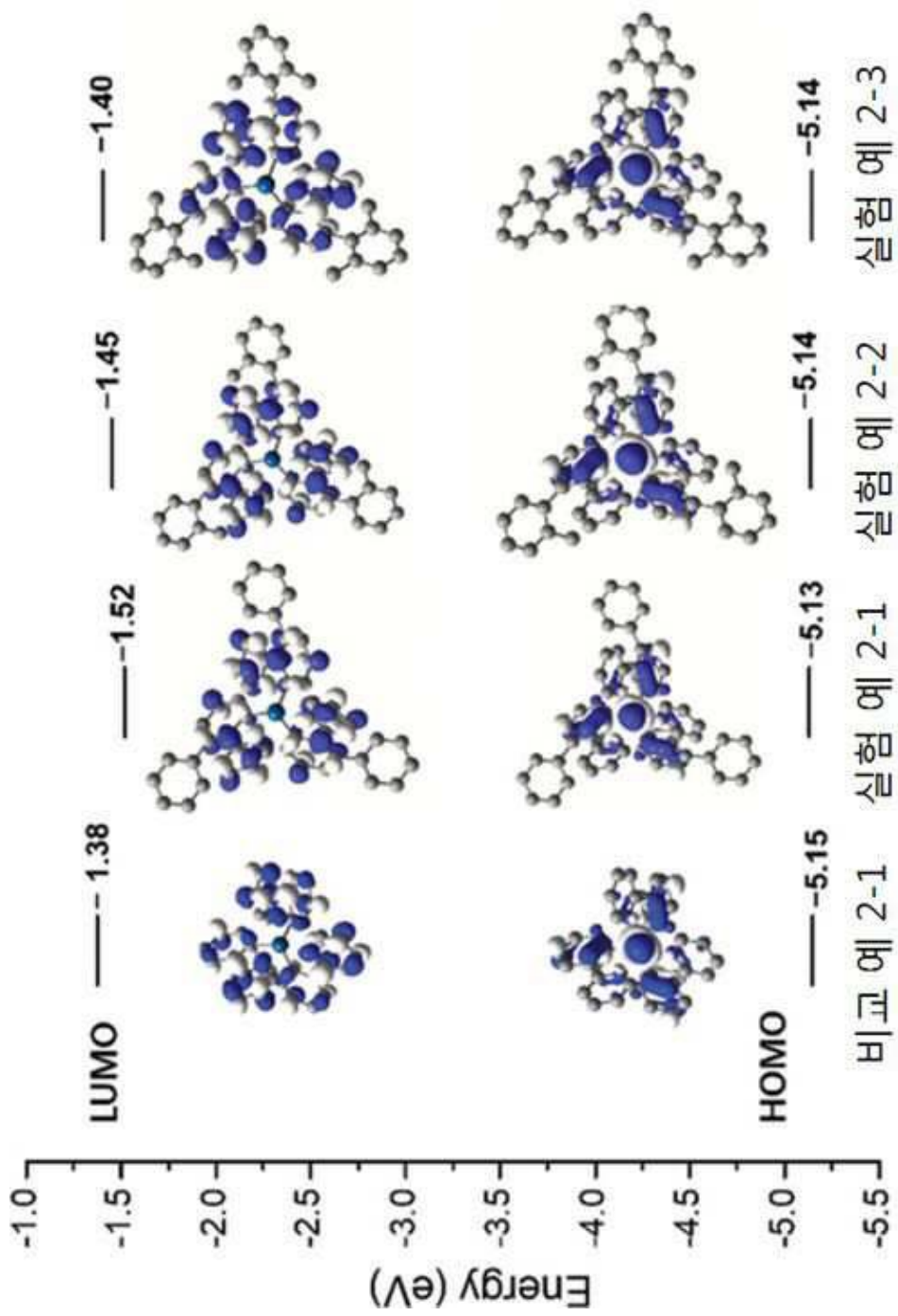
도면9



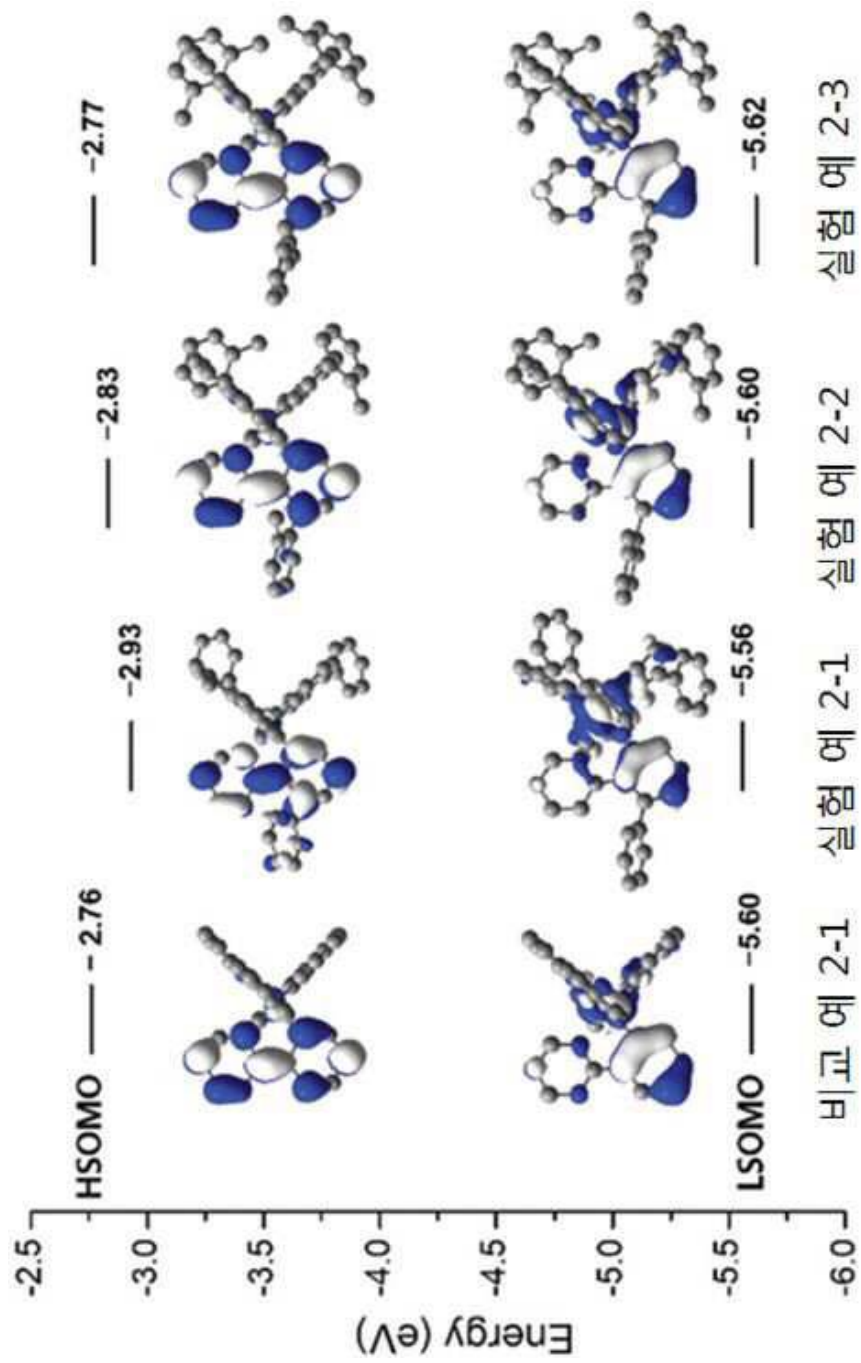
도면10



도면11



도면12



도면13

