

(19)대한민국특허청(KR) (12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl. H05B 33/10 (2006.01)		(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2006년07월07일 10-0597653 2006년06월29일
(21) 출원번호 (22) 출원일자	10-2003-0068940 2003년10월02일	(65) 공개번호 (43) 공개일자	10-2005-0032944 2005년04월08일

(73) 특허권자	그린텍이십일 주식회사 경기 성남시 분당구 백현동 404-1
(72) 발명자	유기풍 서울특별시마포구연남동573코오롱하늘채아파트103동1002호 김선영 서울특별시마포구공덕동105-174중앙빌라2층302호 이현 경기도고양시일산구일산동1077후곡마을1509-1304 한갑수 경기도용인시풍덕천동1027신정마을진흥아파트621동1604호
(74) 대리인	박형근

심사관 : 최창락

(54) 유기전기발광장치용 실리카 박막의 제조방법

요약

본 발명은 유기전기발광장치의 제조에 사용되는 유기발광층의 형성을 위하여 유리기관 상에 실리카 박막을 간단하고도 효율적으로 제조할 수 있는 유기전기발광장치용 실리카 박막의 제조방법에 관한 것으로서, 유기전기발광장치의 제조에 있어서, 크게 두 단계로 대별할 수 있다. 첫 번째 단계는 금속 알콕사이드 용액을 이용하여 실리카 졸용액을 제조하여 유리기관에 도포를 하여 습윤겔 막을 형성하는 것이고, 두 번째 단계는 유리기관 위에 형성된 실리카 습윤겔 박막을 초임계 유체를 이용하여 실리카 에어로겔 박막으로 손상없이 건조하여 유리관에 고착시키는 것이다.

색인어

실리카, 에어로겔, 박막, 유기전기발광, 초임계.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 유기전기발광장치용 실리카 박막의 제조방법에 관한 것이다. 보다 상세하게는 본 발명은 유기전기발광장치의 제조에 사용되는 유기발광층의 형성을 위하여 유리기판 상에 실리카 박막을 간단하고도 효율적으로 제조할 수 있는 유기전기발광장치용 실리카 박막의 제조방법에 관한 것이다.

전기/전자장치의 정보를 인간에게 표현하여 전달하는 매체가 디스플레이로 음극선관(CRT ; cathod ray tube), 액정표시장치(LCD ; liquid crystal display), 평판플라즈마디스플레이(PDP ; plasma display panel), 전계발광소자(FED ; field emission display), 유기전기발광디스플레이(OELD ; organic electro-luminescence display) 등이 있다. 최근에는 개인 컴퓨터 및 휴대 전화기의 급속한 확산과 특히 고화질 TV방송이 시작되고 있어서 디스플레이의 성능향상이 요구되고 있다. 이에 따른 디스플레이의 조건으로는 경박단소, 고화질, 대/소형의 평판 형태가 되어야 한다. 대형 디스플레이 시장은 현재 PDP가 주도하고 있고, 중소형 시장은 LCD가 주도하며, 여기에 유기전기발광디스플레이(유기 EL)가 경쟁을 하고 있다.

유기 EL의 특징은 자체발광을 하며, 색이 선명하고, 응답이 고속이므로 동화상에서도 잔상이 없다. 이로 인하여 중소형 디스플레이로 휴대전화에 적합하며, PDP나 LCD를 능가할 수 있는 차세대 기술이다. 따라서 유기 EL의 기술개발 목표는 밝고, 고화질이며, 얇고, 가볍고, 저전력 소비 및 저가격화이다. 이를 달성하기 위하여 일본에서(특허출원 10-279328, 학술 논문 Advanced Materials, vol. 13, No. 15, 2001년) 실리카 에어로겔 박막을 디스플레이 유리기판에 도포하고, 여기에 유기 발광층을 적층하여 발광효과를 증대시키는 방법을 제안하였다.

이들의 방법은 유리기판을 불산용액에 침지하여 유리표면을 침식시킨 후, 실리카 졸 용액을 도포하여 유리표면에서 박막 상태의 습윤 겔화를 유도한다. 이 습윤겔 박막을 초임계 유체를 이용하여 건조하여 최종적으로 얻어지는 실리카 에어로겔의 박막이 친수성이 되어 발광을 불가능하게 하는 현상을 방지하여야 한다. 이를 위하여 이들은 트리메틸실릴(trimethylsilyl) 용액을 습윤겔 박막에 첨가하고, 이를 고압반응기(autoclave)에 이산화탄소나 에탄올 용액을 함께 넣고 초임계 상태에서 건조시켜서 실리카 에어로겔 박막이 유리기판에 고착되도록 하는 방법이다. 그러나, 이 방법은 유리기판을 불산용액에 침지하여 유리표면을 침식시키는 공정을 포함하며, 이는 불산용액의 사용으로 작업환경의 열악화, 침식공정에 따른 생산성의 저하 및 환경오염 등의 문제가 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명에서는 종래의 방법에 비하여 간편하며 성능이 우수한 실리카 박막을 유리기판에 코팅하여 유기전기발광장치용 실리카 박막을 제조하는 제조방법을 제공하는 데 있다.

발명의 구성 및 작용

본 발명에 따른 유기전기발광장치용 실리카 박막의 제조방법은, 유기전기발광장치의 제조에 있어서, (1) 테트라메틸오르토실리케이트(TMOS ; tetramethyl ortho-silicate) 또는 테트라에틸오르토실리케이트(TEOS ; tetraethylorthosilicate) 등과 같은 실리케이트화합물(물유리; $\text{Na}_2\text{O} \cdot n\text{SiO}_2 (n=2\sim4)$) 1몰에 대하여 물 1.2 내지 1.4몰(mol) 및 염산과 같은 산촉매(질산, 초산, 황산) 1×10^{-3} 내지 1×10^{-5} 몰을 혼합하고 1.5 내지 3시간 동안 교반하여 가수분해시키는 가수분해단계; (2) 상기 가수분해단계에서 수득된 가수분해산물에 물 2.5 내지 2.9몰을 추가하여 물의 물비가 3.7 내지 4.3몰이 되도록 하고, 여기에 중화제로서 암모니아수와 같은 염기촉매를 상기 산촉매와 동일한 몰비로 가하여 겔화시키는 겔화단계; (3) 상기 겔화단계에서 수득되는 겔을 유리기판 상에 도포하는 도포단계; (4) 상기 도포단계에서 겔이 도포된 유리기판을 중합챔버에 넣고 밀봉한 후, 질소를 주입하여 중합챔버 내 압력을 1.2 내지 1.8기압으로 가압하고, 온도를 35 내지 45℃로 조절하여 겔을 중합시키는 중합단계; (5) 상기 중합단계를 거친 유리기판을 고압반응기에 넣고 메탄올 등과 같은 초임계 유체를 채운 후, 상기 중합단계를 거친 유리기판을 상기 고압반응기에 넣고 밀봉한 후, 고압반응기 내 온도를 승온속도 12 내지 30℃/시간의 비율로 가열하여 270 내지 290℃로 가열하며 고압반응기 내 압력을 압력조절기를 이용하여 100기압으로 유지하도록 조절하여 초임계 상태로 조절한 후, 이 상태로 25 내지 35분간 유지(초임계상태 유지시간)하는 초임계화단계; (6) 상기 초임계화단계에서의 초임계상태 유지시간 이후, 상기 고압반응기 내 압력을 0.4 내지 0.6기압/분의 비율로 감압하여 상압으로 감압시키는 감압단계; 및 (7) 상기 감압단계 이후, 상기 고압반응기 내로 건조된 질소가스를 통과시켜 상기 초임계 유체를 제거하며, 온도를 상온으로 냉각시키고, 유리기판을 인출하는 인출단계;들을 포함하여 이루어진다.

상기 겔화단계에서 아세토니트릴 또는 아세톤 등과 같은 희석용매를 실리케이트 화합물의 10 내지 50 배(몰수)의 양으로 가하여 겔의 밀도를 조절하는 밀도조절단계;를 더 포함할 수 있다.

상기 겔화단계 이후, 도포단계 이전에 겔을 20 내지 40분간 기계적으로 교반하는 교반단계;를 더 포함할 수 있다.

이하, 본 발명을 구체적인 실시예를 참조하여 상세히 설명한다.

본 발명에 따른 유기전기발광장치용 실리카 박막의 제조방법은, 유기전기발광장치의 제조에 있어서, (1) 테트라메틸오르토실리케이트(TMOS ; tetramethylorthosilicate) 또는 테트라에틸오르토실리케이트(TEOS ; tetraethylorthosilicate) 등과 같은 실리케이트화합물 1몰에 대하여 물 1.2 내지 1.4몰 및 염산과 같은 산촉매 1×10^{-3} 내지 1×10^{-5} 몰을 혼합하고 1.5 내지 3시간 동안 교반하여 가수분해시키는 가수분해단계; (2) 상기 가수분해단계에서 수득된 가수분해산물에 물 2.5 내지 2.9몰을 추가하여 물의 물비가 3.7 내지 4.3몰이 되도록 하고, 여기에 중화제로서 암모니아수와 같은 염기촉매를 상기 산촉매와 동일한 물비로 가하여 겔화시키는 겔화단계; (3) 상기 겔화단계에서 수득되는 겔을 유리기판 상에 도포하는 도포단계; (4) 상기 도포단계에서 겔이 도포된 유리기판을 중합챔버에 넣고 밀봉한 후, 질소를 주입하여 중합챔버 내 압력을 1.2 내지 1.8기압으로 가압하고, 온도를 35 내지 45℃로 조절하여 겔을 중합시키는 중합단계; (5) 상기 중합단계를 거친 유리기판을 고압반응기에 넣고 메탄올 등과 같은 초임계 유체를 채운 후, 상기 중합단계를 거친 상기 유리기판을 상기 고압반응기에 넣고 밀봉한 후, 고압반응기 내 온도를 승온속도 12 내지 30℃/시간의 비율로 가열하여 270 내지 290℃로 가열하며 고압반응기 내 압력을 압력조절기를 이용하여 100기압으로 유지하도록 조절하여 초임계 상태로 조절한 후, 이 상태로 25 내지 35분간 유지(초임계상태 유지시간)하는 초임계화단계; (6) 상기 초임계화단계에서의 초임계상태 유지시간 이후, 상기 고압반응기 내 압력을 0.4 내지 0.6기압/분의 비율로 감압하여 상압으로 감압시키는 감압단계; 및 (7) 상기 감압단계 이후, 상기 고압반응기 내로 건조된 질소가스를 통과시켜 상기 초임계 유체를 제거하며, 온도를 상온으로 냉각시키고, 유리기판을 인출하는 인출단계;들을 포함하여 이루어짐을 특징으로 한다.

상기한 바의 본 발명에 따른 유기전기발광장치용 실리카 박막의 제조방법은 크게 두 단계로 대별할 수 있다. 첫 번째 단계는 금속 알콕사이드 용액을 이용하여 실리카 졸용액을 제조하여 유리기판에 도포를 하여 습윤겔 막을 형성하는 것이고, 두 번째 단계는 유리기판 위에 형성된 실리카 습윤겔 박막을 초임계 유체를 이용하여 실리카 에어로겔 박막으로 손상없이 건조하여 유리판에 고착시키는 것이다.

본 발명에서는 실리카 졸용액을 제조하는데 물, 금속 알콕사이드 용액으로 테트라메틸오르토실리케이트 또는 테트라에틸오르토실리케이트를, 촉매로는 산촉매와 염기촉매를 사용한다. 특히, 본 발명에서는 기존의 방법과는 달리 물과 알콕사이드의 혼합 시에 알콜을 사용하지 않고 가수분해를 시키며, 졸-겔의 이단계 공정을 수행한다. 알콜을 첨가하지 않고 알콕사이드 용액, 물 그리고 산촉매를 혼합하여 단일 용액상을 만든다. 혼합된 졸용액을 스핀코터를 이용하여 유리기판에 코팅을 하거나 졸용액에 유리기판을 침지하여 졸용액 박막을 유리기판 위에 형성시킨다. 이때 유리기판은 종래의 방법과는 달리 불산용액 등을 이용하여 표면을 침식시키지 않고 사용한다. 유리기판에 코팅된 졸용액을 습윤겔화 하기 위하여 챔버(chamber)에 넣고 질소가스를 주입하여 1.2 내지 1.8기압이 되도록 하고 밀봉을 한다. 이를 항온조에 넣어서 35 내지 45℃를 유지하며 중합반응을 진행시켜서 유리기판 위에 습윤겔화를 유도한다. 이와 같은 방법을 사용하면 불산용액으로 유리기판을 침식시키지 않고도 실리카겔 박막을 유리판 위에 고착시킬 수 있다.

이를 공정별로 설명하면 다음과 같다.

상기 (1)의 가수분해단계는 테트라메틸오르토실리케이트(TMOS ; tetramethylorthosilicate) 또는 테트라에틸오르토실리케이트(TEOS ; tetraethylorthosilicate) 등과 같은 실리케이트화합물 1몰에 대하여 물 1.2 내지 1.4몰 및 염산과 같은 산촉매 1×10^{-3} 내지 1×10^{-5} 몰을 혼합하고 1.5 내지 3시간 동안 교반하여 가수분해시키는 단계로서, 여기에서 물의 양은 실리케이트화합물이 분산된 후, 가수분해를 이루기에 적절하도록 상기 실리케이트화합물 1몰에 대하여 1.2 내지 1.4몰의 범위로 사용하는 것이 적절하나, 이 범위는 최적의 상태를 위한 것으로서, 물이 가수분해에만 관여하기 때문에 이 범위를 벗어나도 큰 문제는 없다. 상기 산촉매는 종래의 알콜을 사용하는 방법과는 달리 산촉매에 의해 가수분해가 촉진된다. 상기 산촉매가 1×10^{-3} 몰을 초과하는 경우, 또는 1×10^{-5} 몰 미만인 경우, 가수분해가 적절치 못하게 되는 문제점이 있을 수 있다. 본 발명에서는 상기 산촉매를 1×10^{-3} 내지 1×10^{-5} 몰의 양으로 사용함으로써 알콜 없이도 단일상을 이루어 반응이 진행되어 겔화시간을 줄이고 투명성을 유지할 수 있다. 상기 (2)의 겔화단계는 상기 가수분해단계에서 수득된 가수분해산물에 물 2.5 내지 2.9몰을 추가하여 물의 물비가 3.7 내지 4.3몰이 되도록 하고, 여기에 중화제로서 암모니아수와 같은 염기촉매를 상기 산촉매와 동일한 물비로 가하여 겔화시키는 단계이다. 이 겔화는 상기 가수분해산물에 물을 가하여 농도를 조절하고, 염기촉매로 상기 산촉매를 중화시키는 것으로 달성된다. 상기 (3)의 도포단계는 상기 겔화단계에서 수득되는 겔을 유리기판 상에 도포하는 단계로서, 이 도포단계에 의해 졸-겔반응에 의해 유동이 가능한 졸 상태에서 유리기판 상에 용

이하에 도포하여 유리기판 상에서 중합되어 겔상태로 변화시킨다. 상기 (4)의 중합단계는 상기 도포단계에서 겔이 도포된 유리기판을 중합챔버에 넣고 밀봉한 후, 질소를 주입하여 중합챔버 내 압력을 1.2 내지 1.8기압으로 가압하고, 온도를 35 내지 45℃로 조절하여 겔을 중합시키는 단계로서, 상기 온도가 35℃ 미만인 경우, 중합이 너무 느려져서 생산성이 저하되는 문제점이 있을 수 있으며, 45℃를 초과하는 경우, 막의 팽윤 등에 의해 균일한 중합반응이 곤란하게 되어 불량률이 증가하는 문제점이 있을 수 있다.

두번째 단계에서는 졸-겔 공정을 통하여 얻어낸 습윤겔의 내부에는 겔화공정에서 사용된 희석 용매를 비롯하여 미량의 물 및 알콜 등이 액상으로 잔류하므로 이를 완벽히 제거하여야 한다. 이러한 습윤겔을 건조하는 방법은 크게 두 가지로 일반적인 용매 증발법과 초임계 유체 추출법으로 나눌 수 있다. 용매 증발법의 경우에는 미세기공에서 용매가 증발함에 따라 기-액 계면이 겔의 내부로 이동해 가며 커다란 모세관력이 작용하게 되어 겔이 수축되며 균열이 발생하므로 세심한 주의와 장시간의 증발과정이 요구된다. 또한 용매 증발법을 통하여 얻어진 겔은 수축이 심하게 발생하여 깨어지거나, 밀도가 높은 물질이 되어 다공성 구조를 갖지 못하는 제로겔(xerogel)이 될 수 있다.

초임계 유체 건조방법은 초임계 유체를 이용하여 습윤겔 내의 잔류용액을 제거하는 것이다. 초임계 유체의 특성은 물질의 임계온도와 임계압력 이상의 상태에서 액체와 기체의 두가지 특성을 모두 갖고 있는 중간적인 유체로서 용해능력이 매우 높다. 초임계 유체를 이용하여 습윤겔 내의 잔류용액을 제거하는 경우에는 기-액 계면이 없으므로 모세관력으로 인한 겔의 수축과 균열을 방지할 수 있어서 다공성 저밀도 에어로겔을 제조할 수 있다.

초임계 유체로는 일반적으로 이산화탄소를 사용하며, 필요에 따라서 유기용매를 사용하기도 한다. 이산화탄소를 사용하는 경우에는 겔의 표면에 수산기(-OH기)가 잔류를 하여 친수성을 띄게 되어 최종적으로 디스플레이로 사용하는 경우 수분을 흡수하여 성능을 저하시키는 치명적인 약점이 있다. 반면에 유기용매를 사용하는 초임계 건조공정은 건조과정에서 겔의 수축이 적게 일어나므로 저밀도 에어로겔의 제조에 유리하며, 에어로겔의 표면이 알킬화(-R기 보유) 되어 소수성(hydrophobic)으로 변화하여 수분이 많은 대기 중이나 물에 방치하여도 수축되거나 파괴되지 않는다.

본 발명에서는 임계온도(critical temperature)는 240℃ 이며, 임계압력(critical pressure)은 81기압인 메탄올을 사용하여 습윤겔 막막을 건조시킨다.

이를 공정별로 설명하면 다음과 같다.

상기 (5)의 초임계화 단계는 중합단계 이후, 고압반응기에 메탄올 등과 같은 초임계 유체를 채우고 상기 중합단계를 거친 상기 유리기판을 넣고 밀봉한 후, 고압반응기 내 온도를 승온속도 12 내지 30℃/시간으로 270 내지 290℃로 가열하며 고압반응기 내 압력을 압력조절기를 이용하여 100기압으로 유지하도록 조절하여 초임계 상태로 조절한 후, 이 상태로 25 내지 35분간 유지(초임계상태 유지시간)하는 단계로서, 초임계 유체를 초임계화한 후, 제거하는 것에 의해 상기 유리기판 상에 형성된 겔의 형태변형 없이 건조를 촉진시킨다. 상기 (6)의 감압단계는 상기 초임계화 단계에서의 초임계상태 유지시간 이후, 상기 고압반응기 내 압력을 0.4 내지 0.6기압/분의 비율로 감압하여 상압으로 감압시키는 단계로서, 초임계상태를 해제하여 건조를 계속 진행시키도록 한다. 상기 (7)의 인출단계는 상기 감압단계 이후, 상기 고압반응기 내로 건조된 질소 가스를 통과시켜 상기 초임계 유체를 제거하며, 온도를 상온으로 냉각시키고, 유리기판을 인출하는 단계로서, 건조된 질소 가스의 통과에 의해 초임계 유체를 제거하며, 건조를 완성시킬 수 있다. 이후, 고압반응기로부터 기판을 인출할 수 있다.

상기 겔화단계에서 아세토니트릴 또는 아세톤 등과 같은 희석용매를 실리케이트 화합물의 10 내지 50 배(몰수)의 양으로 가하여 겔의 밀도를 조절하는 밀도조절단계;를 더 포함할 수 있다. 상기 희석용매는 상기 가수분해 된 혼합용액에 물과 염기촉매 그리고 밀도조절을 위하여 사용되며, 아세토니트릴(acetonitrile) 또는 아세톤(acetone)을 혼합하여 사용할 수 있다. 상기 희석용매가 10배 미만으로 포함되는 경우, 밀도가 너무 높아져서 균질한 도포가 어려워지는 문제점이 있을 수 있으며, 반대로 50배를 초과하는 경우, 오히려 겔의 밀도가 너무 낮아져서 역시 쉽게 흘러내려 균질한 도포가 어려워지는 문제점이 있을 수 있다.

상기 겔화단계 이후, 도포단계 이전에 겔을 20 내지 40분간 기계적으로 교반하는 교반단계;를 더 포함할 수 있다. 이 교반단계는 겔을 균질화시켜 균질한 도포를 가능하게 한다. 상기 교반시간은 최적의 균질화 및 균질한 도포를 위한 최적의 시간범위로서, 이 이상이 되면 생산성이 저하되며, 특별히 향상된 효과를 기대할 수는 없다.

이하에서 본 발명의 바람직한 실시 예 및 비교 예들이 기술되어질 것이다.

이하의 실시 예들은 본 발명을 예증하기 위한 것으로서 본 발명의 범위를 국한시키는 것으로 이해되어져서는 안 될 것이다.

『실시예 1』

우선 알콜을 첨가하지 않고 원료용액을 물비율로 TMOS(또는 TEOS):H₂O:HCl = 1:1.3:10⁻⁵의 비율로 혼합하고, 이를 두 시간 동안 단순교반을 하여 가수분해 반응을 진행시켰다. 이후 물 2.7몰을 추가하여 물비율이 4.0이 되게 하고, 암모니아수를 10-3몰 추가하였다. 여기에 아세토니트릴을 희석용매로 첨가하여 겔화가 이루어질 때의 밀도를 조절하였다. 이상의 혼합용액을 30분 정도 교반한 후, 유리기판 위에 도포하였다. 졸용액이 박막으로 도포된 유리기판을 챔버에 넣고, 질소 가스를 주입하여 1.5기압이 되도록 하고 밀봉을 하였다. 이를 항온조에 넣어서 40℃를 유지하며 중합반응을 유도하여 유리기판에 습윤겔이 형성되도록 하였다. 이후, 초임계 건조공정 과정은 고압반응기(autoclave)에 초임계 유체로 이용할 메탄올 용액을 채우고, 습윤겔이 도포된 유리기판을 메탄올 용액에 넣고, 고압반응기를 밀봉시켰다. 고압반응기를 승온속도 20℃/시간으로 가열하여 280℃까지 온도를 올리며, 승온시 수반되는 압력상승은 압력조절기를 이용하여 100기압으로 유지하였다. 이렇게 하여 초임계 상태에 도달시킨 후 30분을 유지하였다. 이후, 분당 0.5기압씩 감압하여 상압에 도달하도록 한 후, 상압에 이르면 건조한 질소 가스를 상기 고압반응기에 흘려보내며 메탄올 증기를 제거하고, 동시에 반응기의 온도를 상온까지 냉각시켰다. 이후, 상기 고압반응기를 열고, 실리카 에어로겔이 박막으로 도포된 유리기판을 회수하였다. 수득된 유리기판은 균질한 실리카 에어로겔이 박막으로 도포되었음을 확인할 수 있었다. 또한, 상기한 바와 같이 메탄올을 이용하면 에어로겔의 표면에서 메톡시화(methoxylation) 반응이 일어나 표면이 수산기(-OH기) 대신에 알킬기(-OR기)로 치환이 되어 소수성화를 위한 별도의 화학제품 첨가가 필요없음을 확인할 수 있었다.

발명의 효과

따라서, 본 발명에 의하면 유기전기발광장치의 제조에 사용되는 유기발광층의 형성을 위하여 유리기판 상에 실리카 박막을 간단하고도 효율적으로 제조할 수 있는 유기전기발광장치용 실리카 박막의 제조방법을 제공하는 효과가 있다.

이상에서 본 발명은 기재된 구체 예에 대해서만 상세히 설명되었지만 본 발명의 기술사상 범위 내에서 다양한 변형 및 수정이 가능함은 당업자에게 있어서 명백한 것이며, 이러한 변형 및 수정이 첨부된 특허청구범위에 속함은 당연한 것이다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

유기전기발광장치의 제조에 있어서,

- (1) 실리케이트화합물 1mol에 대하여 물 1.2 내지 1.4mol 및 산촉매 1*10⁻³ 내지 1*10⁻⁵mol을 혼합한 후 교반하여 가수분해시키는 가수분해단계;
- (2) 상기 가수분해단계에서 수득된 가수분해산물에 물 2.5 내지 2.9mol을 추가하여 물의 물비가 3.7 내지 4.3mol이 되도록 하고, 중화제로써 염기촉매를 상기 산촉매와 동일한 몰비로 가하여 겔화시키는 겔화단계;
- (3) 상기 겔화단계에서 수득되는 겔을 유리기판 상에 도포하는 도포단계;
- (4) 상기 도포단계에서 겔이 도포된 유리기판을 중합챔버에 넣고 밀봉한 후, 질소를 주입하여 중합챔버 내 압력을 1.2 내지 1.8기압으로 가압하고 온도를 35 내지 45℃로 조절하여 겔을 중합시키는 중합단계;
- (5) 초임계유체로써 유기용매와 상기 중합단계를 거친 유리기판을 고압반응기에 넣고 밀봉한 후, 고압반응기 내부 온도를 승온속도 12 내지 30℃/시간으로 270 내지 290℃로 가열하고 고압반응기 내 압력을 압력조절기를 이용하여 100기압으로 유지하도록 조절하여 초임계 상태로 조절한 후, 이 상태를 25 내지 35분간 유지(초임계상태 유지시간)시키는 초임계화단계;
- (6) 상기 초임계화단계에서의 초임계상태 유지시간 이후, 상기 고압반응기 내 압력을 상압까지 감압속도 0.4 내지 0.6기압/분으로 감압시키는 감압단계; 및

(7) 상기 감압단계 이후 상기 고압반응기 내로 건조된 질소가스를 통과시켜 상기 초임계 유체를 제거하고, 온도를 상온으로 냉각시키고 유리기관을 인출하는 인출단계; 를 포함하여 이루어짐을 특징으로 하는 유기전기발광장치용 실리카 박막의 제조방법.

청구항 2.

제 1 항에 있어서,

상기 겔화단계에서 희석용매를 실리케이트 화합물의 10 내지 50배(몰수)의 양으로 가하여 겔의 밀도를 조절하는 밀도조절단계; 를 더 포함하여 이루어짐을 특징으로 하는 유기전기발광장치용 실리카 박막의 제조방법.

청구항 3.

제 1 항에 있어서,

상기 겔화단계 이후 도포단계 이전에 겔을 20 내지 40분간 기계적으로 교반하는 교반단계; 를 더 포함하여 이루어짐을 특징으로 하는 유기전기발광장치용 실리카 박막의 제조방법.

청구항 4.

제 1 항에 있어서,

상기 가수분해단계는,

상기 실리케이트화합물이 테트라메틸오르토실리케이트(TMOS; tetramethylorthosilicate) 또는 테트라에틸오르토실리케이트(TEOS; tetraethylorthosilicate)이고,

상기 가수분해는 1.5 내지 3시간 동안 교반하여 가수분해시키는 것을 특징으로 하는 유기전기발광장치용 실리카 박막의 제조방법.

专利名称(译)	制造用于有机电致发光器件的二氧化硅薄膜的方法		
公开(公告)号	KR100597653B1	公开(公告)日	2006-07-07
申请号	KR1020030068940	申请日	2003-10-02
[标]申请(专利权)人(译)	GREENTEK21		
申请(专利权)人(译)	他二十日的贸易有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	他二十日的贸易有限公司		
[标]发明人	YOO KI PUNG 유기풍 KIM SUN YOUNG 김선영 LEE HYEON 이현 HAN GAP SU 한갑수		
发明人	유기풍 김선영 이현 한갑수		
IPC分类号	H05B33/10		
其他公开文献	KR1020050032944A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明涉及一种制造有机电致发光装置中，能够以简单且有效的用于制备有机电致发光器件中使用的有机发光层的形成在玻璃基板上的二氧化硅膜的，有机电致发光的二氧化硅层的方法在发光器件的制造中，可以大致分为两个步骤。第一步是金属醇盐第二步是使用超临界流体用二氧化硅 - 气凝胶薄膜干燥在玻璃基板上形成的二氧化硅湿凝胶膜，而不损坏硅胶薄膜。它固定在玻璃板上。指数方面 二氧化硅，气凝胶，薄膜，有机电致发光，超临界。