

(19)대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl.	(45) 공고일자	2006년09월18일
<i>C09K 11/01</i> (2006.01)	(11) 등록번호	10-0624188
	(24) 등록일자	2006년09월07일

(21) 출원번호	10-2003-0034612	(65) 공개번호	10-2004-0102877
(22) 출원일자	2003년05월30일	(43) 공개일자	2004년12월08일

(73) 특허권자 학교법인 서강대학교
서울 마포구 신수동 1번지의 1

(72) 발명자 최정우
경기도고양시일산구대화동대명아파트403동1502호

신선호
서울특별시마포구염리동상록아파트101-1410

오세용
서울특별시서초구잠원동신반포우성아파트101-1206

이정한
서울특별시송파구잠실4동진주아파트15동307호

오병근
서울특별시마포구성산동성산월드타운대림아파트106-1302

(74) 대리인 특허법인세신

심사관 : 손창호

(54) 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물의 초고순도정제방법

요약

본 발명은 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물의 초고순도 정제방법 및 그렇게 정제된 유기물을 포함하는 유기 전계 발광 소자에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물을 킬레이트제 용액 및 제올라이트에 접촉시키는 단계를 포함하는 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물 정제방법 및 그렇게 정제된 유기물을 포함하는 유기 전계 발광 소자에 관한 것이다. 본 발명의 방법은 종래의 정제방법 (예: 재결정 방법 및 승화 정제법)에 의해 제거하기 어렵고, 유기 전계 발광 소자에 이용되는 유기물의 안정성 및 전기·광학적 특성에 악영향을 미치는 자유 금속 이온을 효율적으로 제거하여, 유기 전계 발광 소자의 제작 시에 발생하는 흑점 발생의 감소, 소자의 전기·광학적 특성의 개선 및 소자의 수명을 연장시킬 수 있는 장점을 갖는다.

대표도

도 1

색인어

유기 전계 발광 소자, 정제, 킬레이트제, 제올라이트

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명의 방법을 실시하기 위한 장치의 모식도; 및

도 2는 본 발명의 방법에 따라 정제된 발광 재료를 이용하여 제작된 유기 전계 발광 소자의 성능을 보여주는 도면.

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물의 초고순도 정제방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물의 초고순도 정제방법 및 그렇게 정제된 유기물을 포함하는 유기 전계 발광 소자에 관한 것이다.

21세기는 정보화 사회라고 해도 과언이 아닐 정도로 인터넷을 통한 정보의 교류가 활발하게 진행되고 있어, 정보의 내용, 문자, 음성, 화상정보 등을 시간과 장소의 제한 없이 이용할 수 있는 정보표시 장치에 대한 중요성이 대두되고 있다. 따라서, 그러한 정보를 표시하기 위한 표시장치도 TV와 같은 대형화면에서 휴대하여 이동할 수 있는 통신용 소형화면까지 다양화되고 있는 실정이다.

이러한 정보 표시 매체로는 CRT (Cathode Ray Tube)가 표시장치의 주류를 이루었으나, 차츰 고기능화 및 인간공학적 측면에서 FPD (Flat Panel Display: 평판디스플레이)로 비중이 더해가고 있는 추세이다. 이러한 평판 디스플레이 중 특별히 LCD (Liquid Crystal Display)는 경량, 박형에 전력 소모가 적은 장점이 있어 CRT를 대체할 평판 디스플레이로서 적용분야를 넓혀가고 있다.

그러나 LCD는 자체 발광소자가 아니라 별도의 광원을 필요로 하는 수광소자로서 밝기, 콘트라스트, 시야각 및 대면적화 등에 기술적 한계가 있기 때문에 이러한 단점을 극복할 수 있는 새로운 평판 디스플레이를 개발하려는 노력이 활발히 전개되고 있으며, 최근에는 저전압구동, 자기 발광, 박막형, 빠른 응답속도, 넓은 시야각 등의 장점을 가지는 유기 전계발광 (Organic Electroluminescence Display: OLED) 디스플레이가 점차 대두되고 있다.

ELD는 크게 무기물을 발광재료로 하는 무기 ELD와 단분자 및 고분자 유기물을 발광재료로 사용하는 유기 ELD로 구분되는데, 유기 ELD는 무기 ELD가 요구하는 높은 구동 전압이 필요 없을 뿐만 아니라, 다양한 유기화합물로 인해 다색성이 용이한 장점이 있다.

유기 ELD는 1963년 포프 (Pope) 등에 의해 안트라센의 단결정에서 처음 발견된 이래, 1987년 이스트만 코닥사 (Eastman Kodak)의 탕 (Tang)과 반스리케 (Van Slyke)의 연구 (*Appl. Phys. Lett.*, 51:913(1987)) 및 1990년에서 영국 캠브리지 대학에서 PPV라는 고분자 물질을 발광체로 사용하는 것까지 유기 ELD에 대한 연구가 계속되고 있다.

유기 ELD는 양극으로부터 주입된 정공 (hole)과 음극으로부터 주입된 전자 (electron)가 발광층에서 재결합 (recombination)하여 들뜬 상태로 있는 여기자 (excitation)를 생성하고 형성된 여기자로부터의 에너지에 의해 특정한 파장의 빛을 발광하는 소자를 일컫는다. 현재 유기 ELD에 적용되는 물질들에 대한 연구가 활발히 진행되고 있는데, 일반적으로 정공 전달층으로는 TPD(3-methylphenyl-biphenyl-diamine), NPD(4,4'-bis[N-(1-naphthyl)N-phenylamino]biphenyl), CuPc(copper phthalocyanine), MTDATA(4,4',4''-tris(3-methylphenylphenyl-amino)triphenylamin) 등과 같은 물질들이 사용되며, 전자 전달층으로는 Alq3(tris(8-hydroxyquinoline)aluminum), DPVBi (4,4-Bis(2,2-diphenyl-ethen-1-yl)-biphenyl), PBD (2-(4-biphenyl)-5-(4-tert-butyl-phenyl)-1,3,4-oxadiazole) 등의 화합물

이 사용되고 있다. 또한, 발광층에 사용되는 물질로는 Alq3 등이 단독으로 사용되거나 쿠마린 (coumarine) 유도체, 퀴나크리돈 (quinacridone) 유도체, DCM 유도체, 루브렌 (rubrene) 등을 도핑 (dopping) 재료로 사용하는 혼합층으로 발광색이 조절된다.

특히, 상기 발광 물질, 정공 전달물질 및 전자 전달물질들은 화학회사에서 제조되어 소자 제조업체에 전달되어 화학적으로는 우수한 순도를 가지고 있으나, 소자에 적용 시에는 소자에 영향을 주는 불순물을 함유하여 충분한 성능을 나타내지 못하는 경우가 발생하게 된다. 이러한 원인은 화합물 제조회사나 소자 제작회사에서 단독으로 해결이 어려울 뿐만 아니라 소자 제조 수율에도 상당히 큰 영향을 미치게 된다. 따라서, 유기 전계 발광 재료 및 전달 재료의 순도를 향상시키기 위한 많은 연구가 진행되고 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명자들은 상기와 같은 종래의 문제점을 해결하기 위하여 예의 연구 노력한 결과, 종래의 정제방법 (예: 재결정 방법 및 승화 정제법)에 의해 제거하기 어렵고, 유기 전계 발광 소자에 이용되는 유기물의 안정성 및 전기·광학적 특성에 악영향을 미치는 자유 금속 이온을 효율적으로 제거하고, 순도를 100%에 가깝게 향상시킬 수 있는 정제방법을 개발함으로써, 본 발명을 완성하게 되었다.

따라서, 본 발명의 목적은 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물의 정제방법을 제공하는 데 있다.

본 발명의 다른 목적은 본 발명의 정제방법에 의해 정제된 유기물을 양극과 음극 사이에 포함하는 유기 전계 발광 소자를 제공하는 데 있다.

본 발명의 다른 목적 및 이점은 하기의 발명의 상세한 설명, 청구범위 및 도면에 의해 보다 명확하게 된다.

발명의 구성 및 작용

본 발명의 일 양태에 따르면, 본 발명은 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물을 킬레이트제 용액 및 제올라이트에 접촉시키는 단계를 포함하는 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물 정제방법을 제공한다.

당업계에서 현재까지, 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물을 정제하기 위하여, 일반적으로 승화 정제법이 사용되고 있다. 그러나, 승화 정제법으로는 자유 금속 이온 등 소자에 영향을 주는 불순물들의 양을 감소시킬 수는 있으나, 근본적으로 제거가 어려우므로 소자의 특성에 영향을 주게 되어 소자의 특성이 불량하게 나타나는 문제점이 있었다. 또한, 전처리 과정에서 일반적으로 사용되는 화학적 정제 방법인 재결정 방법을 도입하여도 이러한 불순물들의 제거가 어려우므로 근본적인 해결이 되지 못하고 있다.

따라서, 본 발명자들은 자유 금속 이온 등, 소자에 영향을 주는 불순물의 완벽한 제거를 위한 심도 있는 연구를 수행하였고, 그 결과 소자의 특성에 영향을 주는 불순물을 제거하고 초고순도로 재료를 정제할 수 있는 방법을 구축하였다.

본 발명의 방법의 기본적인 전략은 킬레이트제 및 제올라이트를 이용하여 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물을 정제하는 것이다.

본 발명의 바람직한 구현예에 따르면, 상기 킬레이트제는 DTPA (diethylenetriaminepentaacetic acid), EDTA (ethylenediaminetetraacetic acid) NTA (Nitrilotriacetic Acid), TTHA (triethylenetetraaminehexaacetic acid), HIDA (Dimethyliminodiacetic acid), 호스혼산계, 글루콘산소다계, Dimercaprol (2,3-dimercapto-1-propanol)가 있으며, 보다 바람직하게는 DTPA 및 EDTA 이며, 가장 바람직하게는 DTPA이다.

본 발명의 바람직한 구현예에 따르면, 본 발명에 적합한 제올라이트는 파우더, 그레놀 및 슬러리 형태를 갖을 수 있으며, 가장 바람직하게는 파우더 형태를 갖는 것이고, 그 종류는 A-4 타입 및 P-타입이 바람직하며, P-타입의 제올라이트가 가장 바람직하다.

본 발명의 방법에 있어서, 제올라이트는 다양한 상으로 존재할 수 있으며, 가장 바람직하게는 콜로이드상으로 존재하는 것이다.

본 명세서에서, 용어 "유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물"은 유기 전계 발광 소자의 양극 및 음극 사이에 놓이는 모든 물질을 의미한다. 예를 들어, 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물은 유기 전계 발광 재료, 정공 주입·전달 재료, 전자 주입·전달 재료 및 정공 전달 방해 재료를 포함한다.

본 발명의 방법에 있어서, 접촉 (contacting) 단계는 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물을 킬레이트제 용액 및 제올라이트의 혼합물에 첨가하거나 또는 킬레이트제 용액 및 제올라이트 각각에 첨가하여 실시될 수 있으며, 바람직하게는 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물을 킬레이트제 용액 및 제올라이트의 혼합물에 첨가하여 실시된다.

본 발명의 바람직한 구현예에 따르면, 본 발명의 접촉 단계 이전 또는 이후에, 당업계에서 통상적으로 이용하는 정제방법, 예컨대, 재결정법, 승화 정제법, 재침전법, 구역 용융법, 컬럼 정제법 및 이들의 조합으로 구성된 군으로부터 선택되는 정제방법을 추가적으로 실시한다. 보다 바람직하게는 접촉 단계 이전 또는 이후에 재결정법 및 승화 정제법을 추가적으로 실시하며, 가장 바람직하게는 접촉 단계 이후에 재결정법 및 승화 정제법을 순차적으로 실시한다. 이와 같이, 통상적인 정제방법과 같이 실시하는 경우에는, 연속적인 공정으로 실시하는 것이 바람직하다. 첨부한 도 1은 이러한 연속적인 공정을 가능하게 하는 장치를 예시한다. 도 1 및 실시예에 예시된 바와 같이, 유기 전계 발광 특성을 갖는 재료가 자동적으로 DTPA 용액, 클로로포름 용액 그리고 제올라이트 콜로이드 상을 통하여 순환이 될 수 있게 제작된 장치에 의하여 유기 전계 발광 재료 내부의 불순물이 효율적으로 완벽하게 제거된다.

상술한 본 발명의 정제방법에 의해 정제된 유기물의 순도는 최소 99%, 바람직하게는 최소 99.99, 보다 바람직하게는 99.9999%이다. 이와 같은 순도는 오차의 범위를 고려하면, 100%의 순도라고 할 수 있다.

본 발명의 방법은 종래의 정제방법 (예: 재결정 방법 및 승화 정제법)에 의해 제거하기 어렵고, 유기 전계 발광 소자에 이용되는 유기물의 안정성 및 전기·광학적 특성에 악영향을 미치는 자유 금속 이온을 효율적으로 제거하고, 순도를 100%에 가깝게 향상시킴으로써, 유기 전계 발광 소자의 제작 시에 발생하는 흑점 발생의 감소, 소자의 전기·광학적 특성의 개선 및 소자의 수명을 연장시킬 수 있는 장점을 갖는다.

본 발명의 다른 양태에 따르면, 본 발명은 상술한 본 발명의 방법에 따라 정제된 유기물을 포함하는 유기 전계 발광 소자를 제공한다.

본 발명의 유기 전계 발광 소자는 다양한 구성으로 제작될 수 있으며, 예컨대, i) 기판/양극/발광층/음극; ii) 기판/양극/정공 주입층/발광층/음극; iii) 기판/양극/발광층/전자 주입층/음극; iv) 기판/양극/정공 주입층/발광층/전자 주입층/음극; 또는 v) 기판/양극/정공 주입층/정공 전달층/발광층/전자 전달층/전자 주입층/음극 등으로 구성될 수 있다.

본 발명의 유기 전계 발광 소자에 적합한 기판은, 당업계에서 이용되는 어떠한 것도 이용될 수 있으며, 예컨대 ITO (Indium Tin Oxide) 글래스가 이용될 수 있다. ITO (Indium Tin Oxide) 글래스를 이용한 소자 제조의 구체적인 일 예는 다음과 같다: 기판을 염화나트륨 수용액과 이소프로필 알코올, 아세톤, 초순수 물에 차례로 함침시키고 초음파 세척을 실시한다. 이렇게 처리된 ITO 기판을 다시 질소 처리하여 깨끗하게 만들어준다. ITO 기판을 진공 증착기에 부착하고 본 발명에 따라 정제된 유기 전계 발광물질을 넣고 증착을 실시한다. 여기에 다시 알루미늄을 올려 소자를 제조한다.

본 발명의 소자에 있어서, 양극은 일함수가 큰 (4 eV 이상) 금속, 합금, 전기 전도성 화합물이 이용될 수 있으며, 예컨대, Au, CuI, ITO 및 SnO₂를 포함한다. 양극의 형성은 증착법 또는 스퍼터링법으로 할 수 있다.

본 발명의 소자에 있어서, 발광층을 구성하는 유기 전계 발광 재료는 색조 (적색, 청색, 녹색, 황색, 백색 등)에 따라 다양한 유기 화합물이 이용될 수 있다. 예를 들어, 발광층에 사용되는 물질로는 Alq3 (tris(8-hydroxyquiline) aluminum) 등이 단독으로 사용되거나 쿠마린 유도체, 퀴나크리돈 유도체, DCM (4-(Dicyanomethylene)-2-methyl-6-(julolidin-4-yl-vinyl)-4H-pyran) 유도체, 루브렌 등을 도핑 재료로 사용하는 혼합층으로 발광색이 조절된다. 발광층의 형성은 증착법, 스핀 코팅법, LB법 등의 공지된 방법에 의해 할 수 있다.

본 발명의 유기 전계 발광 소자에서, 정공 주입·전달층에 이용될 수 있는 재료는 트리아졸 유도체 (미합중국 특허 제 3,112,197 호), 옥사디아졸 유도체 (미합중국 특허 제 3,189,447 호), 폴리아릴알칸 유도체 (미합중국 특허 제 3,615,402 호), 아릴아민 유도체 (미합중국 특허 제 4,232,103 호), 실라잔 유도체 (미합중국 특허 제 4,950,950 호), 옥사졸 유도체 (미합중국 특허 제 3,257,203 호) 등이 있다. 정공 주입·전달층의 형성은 진공 증착법, 스핀 코팅법, 캐스팅법, LB법 등으로 할 수 있다.

본 발명의 발광 소자에서, 전자 주입·전달층에 이용될 수 있는 물질의 예는 Alq₃ (tris(8-hydroxyquinoline)aluminum), DPVBi (4,4-Bis(2,2-diphenyl-ethen-1-yl)-biphenyl), PBD (2-(4-biphenyl)-5-(4-tert-butyl-phenyl)-1,3,4-oxadiazole) 및 TPD (N,N'-diphenyl-N,N'-(3-methylphenyl)-1,1-biphenyl-4,4'-diamine)을 포함한다.

본 발명의 발광 소자에서, 음극은 일 함수가 작은 (4 eV 이하) 금속, 합금, 전기 전도성 화합물이 이용될 수 있으며, 예컨대, 나트륨, 마그네슘, 리튬, 알루미늄/리튬 합금, 인듐, 나트륨/칼륨 합금 등이 있다. 이 음극은 상기 전극 물질을 증착이나 스퍼터링 등의 방법으로 박막을 형성시켜 제조될 수 있다.

본 발명의 소자에 있어서, 양극과 음극 사이에 놓이는 유기물은 본 발명의 방법에 따라 정제된 것으로서, 바람직하게는 최소 99%, 보다 바람직하게는 최소 99.99%, 가장 바람직하게는 최소 99.999%의 순도를 갖는다.

이하, 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 오로지 본 발명을 보다 구체적으로 설명하기 위한 것으로, 본 발명의 요지에 따라 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 제한되지 않는다는 것은 당업계에서 통상의 지식을 가진 자에 있어서 자명할 것이다.

실시예

본 발명의 방법에 따라, DTPA (diethylenetriaminepentaacetic acid, Aldrich) 및 제올라이트 콜로이드상을 통과시켜 유기 전계 발광 재료를 정제하였다. 유기 전계 발광 재료로는 tris(8-hydroxyquinoline) aluminum (Alq₃) (TCI, Tokyo Kasei Kogyo co., LTD, Japan)를 사용하였다.

용매는 클로로포름 및 노르말 헥산 (Aldrich)을 사용하였으며, 증류에 의해 불순물을 제거한 것을 사용하였다. Alq₃ 5 g을 취하여 정제된 클로로포름 용액 250 ml에 용해하였다. DTPA 1 g을 초순수물 1 l에 용해하고 용해되지 않은 물질은 유리 필터를 이용하여 분리해 내고 남은 용액을 사용하였다.

본 발명자들에 의해 제작된 도 1의 장치에 우선 제올라이트 분말 (Powder, P-type, Degussa, Germany) 1 g 및 계면 활성제 (SDS (Sodium Dodecyl Sulfate), Aldrich) 1 ml을 넣어서 클로로포름 내에 제올라이트 콜로이드상을 제조하였다. 이어, 클로로포름에 용해된 Alq₃ 250 ml를 첨가하고 적당량의 DTPA 용액을 첨가하였다. 3구 플라스크에 채워진 DTPA 용액은 비등하여 기화되고 콘텐서에서 응축되어 관을 따라 클로로포름 + Alq₃ + 제올라이트가 있는 부분에 떨어지고, 이는 비중의 차이에 의해 상부로 이동하며 다시 3구 플라스크로 이동하게 된다. 이렇게 순환되는 DTPA 용액 및 제올라이트에 의해 클로로포름내의 Alq₃의 금속 불순물들이 제거된다. 그리고 나서, 증발 장치에서 Alq₃가 용해된 클로로포름 용액을 50℃, 1기압 하에서 증발 건조시켜 클로로포름 용액을 제거한 후, 노르말 헥산으로 재결정하고, 유리필터로 거른 다음 일정시간 동안 건조하여 Alq₃만 수득하였다.

그런 다음, 승화용 기기에 넣어서 승화를 통해서 다시 한번 정제하였다. 정제된 Alq₃를 승화용 기기 (SIBATA GLASS TUBE OVEN GTO-350 RD)내의 글래스 튜브내에 넣었다. 승화를 위한 온도는 320℃, 압력은 1×10^{-5} Torr의 조건을 이용하였다. 승화를 위한 유체로는 4℃의 물을 이용하여 승화되어 날아가는 Alq₃를 다시 얻어내었다. 이렇게 얻어낸 Alq₃를 이용하여 디바이스를 제작하였다.

디바이스 제작을 위하여 우선 ITO (indium-tin-oxide) 글래스 (Ashai glass, 10 Ω/?를 2 cm × 2 cm의 크기로 자른 다음, KOH 1몰 수용액, 아세톤, 이소프로필알코올 및 탈이온수의 순서로 각각 30분씩 초음파 세척기 (Branson model 8910)로 세정한 후 진공 건조하였다. 이렇게 준비된 ITO 글래스를 진공 증착기 (ULVAC VPC-260F)에 넣어서 1×10^{-5} Torr의 조건하에서 Alq₃ 증착면의 두께를 1000 Å로 하여 진공 증착을 실시하였고, 다시 그 위에 Al(Aluminum)을 2000 Å로 올렸다.

실험예

ICP (Induced Couple Plasma) 원자 방출 스펙트로미터 (Thermo Jarrell-Ash ARIS-AP, U.S.A)를 이용하여, 상기 실시예의 정제 공정에 의해서 정제된 Alq₃를 5% 질산용액에서 분쇄한 후 깨끗하게 걸러진 용액을 우선적으로 Al, Fe⁺² 및

Cu^{+2} 를 대상으로 한 물질내의 성분 분석을 타겟으로 하여 표준물질에 대한 기기 내에서의 검정 (calibration) 곡선을 얻었다. 각각의 농도 (0 ppm, 10 ppm 및 100 ppm)에서 검정곡선을 얻은 것을 토대로 동위원소 및 스핀에 알맞는 조건에서 분석하였고, 그 결과는 다음 표 1에 나타나 있다.

【표 1】

불순물	시도 횟수	원료 물질	정제 공정 후
구리 함량	1	0.2421 ppm	0.0015 ppm
	2	0.2427 ppm	0.0031 ppm
	3	0.2432 ppm	0.0034 ppm
	4	0.2399 ppm	0.0014 ppm
철 함량	1	4.688 ppm	0.0315 ppm
	2	4.695 ppm	0.0355 ppm
	3	4.628 ppm	0.0309 ppm
	4	4.685 ppm	0.0324 ppm

상기 표 1에서 확인할 수 있듯이, 본 발명의 방법에 따라 처리된 Alq_3 는 구리 및 철 함량이 크게 감소되었음을 알 수 있다.

또한, HPLC (High Performance Liquid Chromatography)를 Jasco RI930 (성진 I&T)를 이용하여 유속 0.8 mm/min 및 압력 82 kg/m²의 조건에서 실시예에서 정제된 유기 전계 발광 물질, Alq_3 의 순도를 측정하였고, 그 결과는 표 2에 나타나 있다.

【표 2】

	시도 횟수	순도
원료 물질	1	98.1092%
	2	98.0568%
	3	98.2135%
	4	98.1568%
정제 공정 완료 후	1	99.9992%
	2	99.9983%
	3	100%
	4	99.9997%

상기 표 2에서 소수점 이하 두 자리 미만은 기계의 오차 범위내에 속한다. 상기 표 2에서 확인할 수 있듯이, 본 발명의 방법에 따라 처리된 Alq_3 의 순도는 99.99% 이상임을 알 수 있다.

이렇게 얻어진 Alq_3 와 정제되지 않은 Alq_3 를 이용하여 디바이스 상에서의 특성을 알아보기 위하여, 진공 증착을 통하여 디바이스의 V-L (Voltage-Luminescence) 특성을 살펴보았다. 진공 증착기 (ULVAC VPC-260F)에 넣어서 1×10^{-5} Torr의 조건하에서 Alq_3 증착면의 두께를 1000 Å (ULVAC CRTM-5000)로 하여 진공 증착을 실시하였고, 다시 그 위에 Al (Aluminum)을 2000 Å (ULVAC CRTM-5000)으로 올렸다. 이렇게 만들어진 디바이스는 전기를 주면서 미놀타 LS-100을 통하여 발광을 측정하였다. 얻어진 데이터는 도 2에 나타나 있다.

도 2에서 볼 수 있듯이, Turn-on 전압에 있어서 정제된 (99.999% 이상) Alq_3 를 이용한 디바이스가 더 낮게 나타남을 알 수 있으며, 빛의 밝기를 나타내는 발광은 더 높음을 알 수 있다.

이상으로 본 발명의 특정한 부분을 상세히 기술하였는 바, 당업계의 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 이러한 구체적인 기술은 단지 바람직한 구현예일 뿐이며, 이에 본 발명의 범위가 제한되는 것이 아닌 점은 명백하다. 따라서, 본 발명의 실질적인 범위는 첨부된 청구항과 그의 등가물에 의하여 정의된다고 할 것이다.

발명의 효과

이상에서 상세히 설명한 바와 같이, 본 발명은 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물 정제방법을 제공한다. 또한, 본 발명은 본 발명의 정제방법에 의해 정제된 유기물을 양극과 음극 사이에 포함하는 유기 전계 발광 소자를 제공한다. 본 발명의 방법은 종래의 정제방법 (예: 재결정 방법 및 승화 정제법)에 의해 제거하기 어렵고, 유기 전계 발광 소자에 이용되는 유기물의 안정성 및 전기·광학적 특성에 악영향을 미치는 자유 금속 이온을 효율적으로 제거하여, 유기 전계 발광 소자의 제작 시에 발생하는 흑점 발생의 감소, 소자의 전기·광학적 특성의 개선 및 소자의 수명을 연장시킬 수 있는 장점을 갖는다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물을, 킬레이트제 용액과 콜로이드상 제올라이트와의 혼합물에 접촉시키는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물 정제방법.

청구항 2.

제 1 항에 있어서, 상기 킬레이트제는 DTPA (diethylenetriaminepentaacetic acid), NTA (Nitrilotriacetic Acid), TTHA (triethylenetetraaminehexaacetic acid), HIDA (Dimethyliminodiacetic acid), 호스혼산계, 글루콘산소다계 및 Dimercaprol (2,3-dimercapto-1-propanol)로 구성된 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물 정제방법.

청구항 3.

제 2 항에 있어서, 상기 킬레이트제는 DTPA인 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물 정제방법.

청구항 4.

삭제

청구항 5.

삭제

청구항 6.

제 1 항에 있어서, 상기 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물은 유기 전계 발광 재료, 정공 주입·전달 재료, 전자 주입·전달 재료 또는 정공 전달 방해 재료인 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물 정제방법.

청구항 7.

제 1 항에 있어서, 상기 접촉 단계 이전 또는 이후에 재결정법, 승화 정제법, 재침전법, 구역 용융법, 컬럼 정제법 및 이들의 조합으로 구성된 군으로부터 선택되는 정제방법을 추가적으로 실시하는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물 정제방법.

청구항 8.

제 7 항에 있어서, 상기 접촉 단계 이전 또는 이후에 재결정법 및 승화 정제법을 추가적으로 실시하는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물 정제방법.

청구항 9.

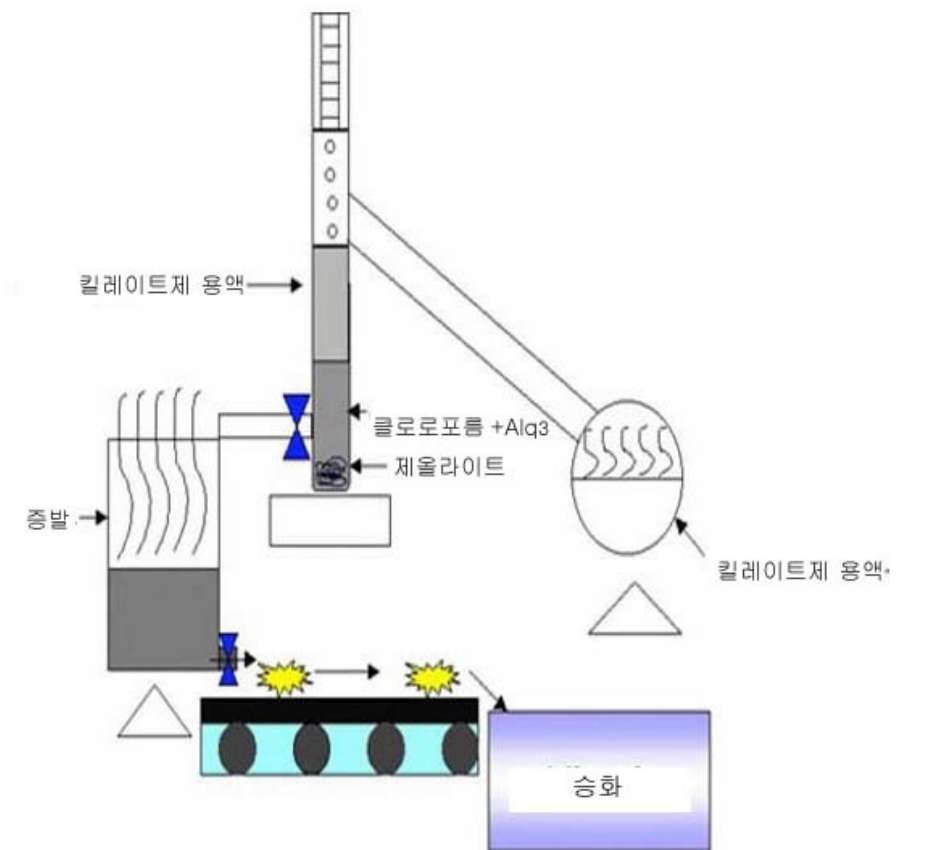
제 8 항에 있어서, 상기 유기물 정제방법에 의해 정제된 유기물의 순도는 최소 99.999%인 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물 정제방법.

청구항 10.

상기 제 1 항 내지 제 3 항, 제 6 항 내지 제 9 항 중 어느 한 항의 방법에 따라 정제된 유기물을 포함하는 유기 전계 발광 소자.

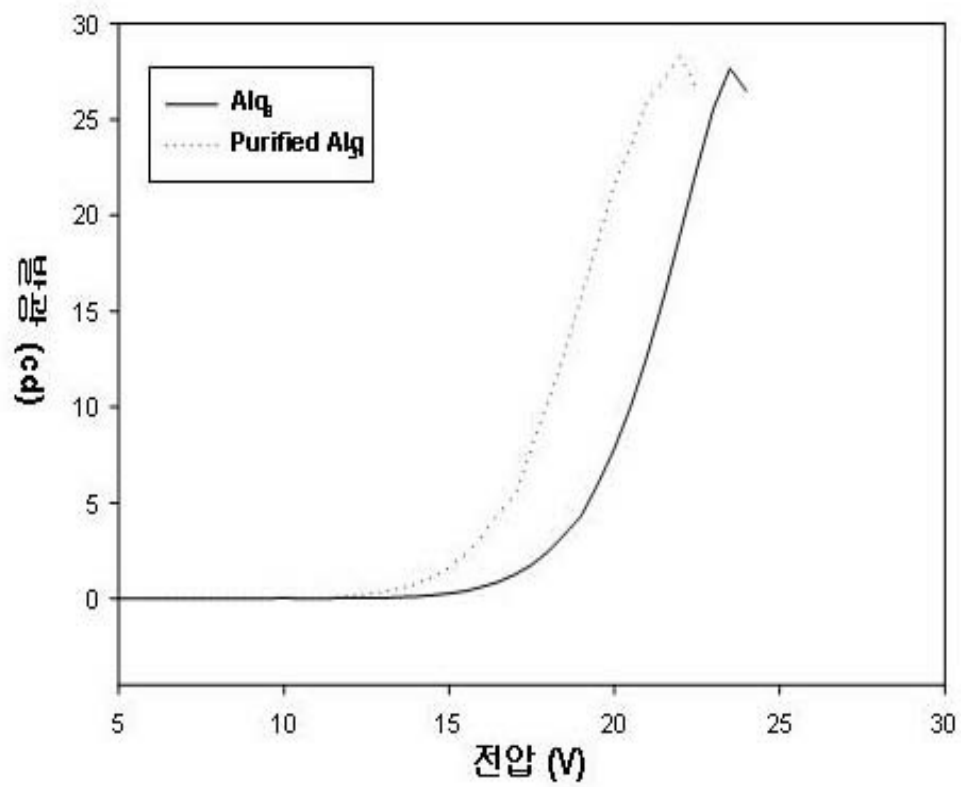
도면

도면1



도면2

전압-발광 스펙트럼



专利名称(译)	用于有机电致发光器件的有机材料的超高纯度纯化方法		
公开(公告)号	KR100624188B1	公开(公告)日	2006-09-18
申请号	KR1020030034612	申请日	2003-05-30
申请(专利权)人(译)	学校法人西江		
当前申请(专利权)人(译)	学校法人西江		
[标]发明人	CHOI JEONGWOO 최정우 SHIN SEONHO 신선호 OH SEYOUNG 오세웅 LEE JUNGHAN 이정한 OH BYUNGKEUN 오병근		
发明人	최정우 신선호 오세웅 이정한 오병근		
IPC分类号	C09K11/01		
CPC分类号	Y02W30/72 E04H13/006		
其他公开文献	KR1020040102877A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明涉及有机电致发光器件，其包括在有机电致发光器件中精制有机化合物的所用有机化合物的超高纯度精制方法等，更具体地，涉及包括用于的有机化合物精制方法的有机电致发光器件。有机电致发光器件包括与螯合剂溶液接触的步骤和沸石，所用的有机化合物等在有机电致发光器件中精制有机化合物。本发明的方法难以用常规的精制方法（例如：重结晶方法和升华）除去。有效去除了用于有机电致发光器件的有机化合物的稳定性和电学光学特性的不良影响的游离金属离子。它具有延长有机电致发光器件产生的暗点产生的减少，以及改善器件和器件的电光特性的寿命的优点。有机电致发光器件，精制剂，螯合剂，沸石。

