



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2007년12월24일
(11) 등록번호 10-0787757
(24) 등록일자 2007년12월13일

(51) Int. Cl.

C09K 11/06 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2004-0109329

(22) 출원일자 2004년12월21일

심사청구일자 2004년12월21일

(65) 공개번호 10-2006-0070738

(43) 공개일자 2006년06월26일

(56) 선행기술조사문헌

JP04085388 A

KR1020040009313 A

KR1020040038533 A

WO03106422 A1

전체 청구항 수 : 총 4 항

(73) 특허권자

제일모직주식회사

경상북도 구미시 공단동 290

(72) 발명자

김성희

서울 동작구 사당 1동 1008번지 5층 2호

어동선

서울 송파구 잠실 7동 아시아선수촌아파트 11동 906호

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

김학제, 문혜정

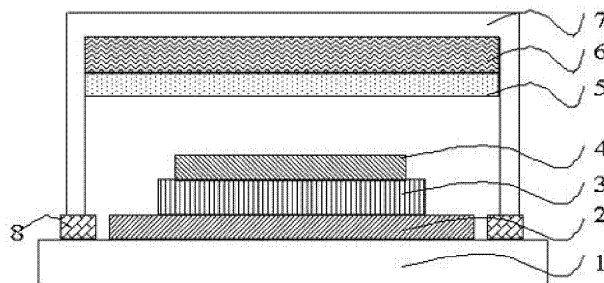
심사관 : 손창호

(54) 발광재료 및 이를 이용한 유기전계 발광소자

(57) 요약

본 발명은 발광재료 및 이를 이용한 유기전계 발광소자에 관한 것으로, 보다 상세하게는 고온에서 정제된 Alq3 결정 및 저온에서 정제된 Alq3 결정의 혼합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자용 발광재료 및 이를 이용한 유기전계 발광소자에 관한 것으로서, 본 발명의 발광재료를 이용하여 유기전계 발광소자를 제조하면 초기특성 값이 우수하면서도 소자의 수명이 향상되는 효과를 제공할 수 있다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

인규열

경기 의왕시 오전동 목련아파트 101동 1407호

김종섭

대전 유성구 전민동 세종아파트 109-1208호

특허청구의 범위

청구항 1

420~480℃의 온도 범위에서 정제된 Alq3 결정 및 340~380℃의 온도 범위에서 정제된 Alq3 결정의 혼합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자용 발광재료.

청구항 2

삭제

청구항 3

제 1항에 있어서, 상기 혼합물은 420~480℃의 온도 범위에서 정제된 Alq3 결정에 대한 340~380℃의 온도 범위에서 정제된 Alq3 결정의 혼합비가 1:1~1:3인 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자용 발광재료.

청구항 4

제 1항에 있어서, 상기 혼합물은 420~480℃의 온도 범위에서 정제된 Alq3 결정에 대한 340~380℃의 온도 범위에서 정제된 Alq3 결정의 혼합비가 2:3인 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자용 발광재료.

청구항 5

기관; 상기 기관상에 형성된 제 1전극; 상기 제 1 전극 상에 형성된 유기 발광층 및 상기 유기 발광층 상부에 형성된 제 2 전극을 포함하고, 상기 유기 발광층이 제 1항에 따른 발광재료를 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자.

명 세 서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

- <9> 본 발명은 발광재료 및 이를 이용한 유기전계 발광소자에 관한 것으로, 보다 상세하게는 초기 특성 값이 우수한 고온에서 정제된 Alq3 결정과 수명이 긴 저온에서 정제된 Alq3 결정의 혼합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자용 발광재료 및 이를 이용한 유기전계 발광소자에 관한 것이다.
- <10> 유기전계 발광소자는 전기를 가하면 빛을 내는 소자이다. 핸드폰이나 노트북 등에 사용되는 평판 디스플레이의 소재로서 현재는 액정이 주로 사용되고 있는데, 이 액정은 가격이 비싸고 두껍고 화면이 어두운 단점이 있어서 대형 화면 등에는 이용되지 못하는 단점을 갖고 있다. 반면, 유기 EL 소재는 화면이 훨씬 밝으면서 두께가 얇고 가격도 낮기 때문에 차세대 디스플레이로 각광받고 있다.
- <11> 통상적인 유기전계 발광소자의 발광재료에는 순수 유기물과 고분자 이외에 금속 착물이 있다. 특히 Alq3와 같은 금속 착물은 안정하고 발광특성이 뛰어나서 현재 실용화가 빨리 진행되고 있는 실정이다. 예로서 전형적인 트리스(8-퀴놀리네이트)알루미늄(tris(8-quinolinato)aluminium; 이하 'Alq3' 이라 함)이 Eastman Kodak Company의 C.V. Tang, S. A. Vanslyke 등에 의해 Appl. Phys. Lett., 51, 913(1987)에서 보고되었다.
- <12> 최근 연구에 따르면 유기전계 발광소자 장치의 실용성을 높이기 위해서는 그 발광효율 및 수명을 조절할 필요가 있는데, 발광재료를 구성하는 화합물의 순도 및 이와 같은 화합물에 포함된 불순물의 함량이 유기전계 발광소자 장치의 발광효율 및 수명에 영향을 미치는 것으로 알려지고 있다. 예를 들면, Alq3는 일본 특허 제 2902745호와 제 2823352호에 기재된 기본 품질 요건을 만족해야 하고, Alq3의 제조 방법은 일본 특허 공개 평11-171801A호에 개시되어 있다.
- <13> Alq3는 페이스(facial)과 머리디널(meridional)의 두 이성질체(Isomer)의 혼합물인 것으로 널리 알려져 있고, 이와 관련한 다양한 분석 데이터가 보고되어 있다. 예를 들면, [¹H -NMR 분광측정에 의한 두 이성질체의 검증] <Anal.Chem., 1968, 40(13), 1945~51>; [질량스펙트럼] <Talanta, 1967(14), 1213~20>; [적외선 흡수스펙트럼]

<Acta Chem. Scand., 1968, 22(4), 1067~75>이다. 그러나 정량적으로 유기전계 발광소자 장치의 성능에 두 이성질체가 어떻게 영향을 주는지에 관해서는 실제적인 보고가 발표되지는 않았다.

<14> 또한 미량의 불순물들, 결정구조 및 입체구조의 영향에 관해서도 그리 명확하게 밝혀진 바가 없다. 예를 들면, 미량의 불순물들의 존재가 유익한지 여부, 만약 유익하다면 어떤 불순물이 어느 정도의 함량으로 포함되어야 하는지 여부, 또는 어떤 결정구조가 바람직한지 여부 등이 명확하지 않다. 이런 불명확성은 기본적으로 고순도의 Alq3와 방출 메카니즘 사이의 관계가 명백히 밝혀지지 않은 것에서 비롯된다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

<15> 본 발명은 상기에서 지적한 발광효율 및 수명을 조절하기 위한 것으로, 발광재료로서 Alq3의 두 이성질체 혼합물을 고온 및 저온에서 각각 정제하여 수득하고 이들의 전기적인 특성을 파악한 후, 각 온도에서 정제한 Alq3 결정을 1:1~ 1:3의 비율로 혼합함으로써 초기특성 값이 우수하면서도 소자의 수명을 향상시킬 수 있는 발광재료를 제공하는 것을 목적으로 한다.

<16> 즉, 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명의 한 측면은 고온에서 정제된 Alq3 결정 및 저온에서 정제된 Alq3 결정의 혼합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자용 발광재료에 관한 것이다.

<17> 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명의 다른 측면은 기판; 상기 기판상에 형성된 제 1전극; 상기 발광재료를 사용하여 형성된 유기 발광층; 및 상기 유기 발광층 상부에 형성된 제 2전극을 포함하는 유기전계 발광소자에 관한 것이다.

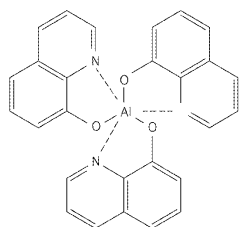
발명의 구성 및 작용

<18> 이하, 본 발명에 관하여 보다 상세하게 설명하기로 한다.

<19> 본 발명의 발광재료는 고온에서 정제된 Alq3 결정과 저온에서 정제된 Alq3 결정을 혼합하여 형성될 수 있다.

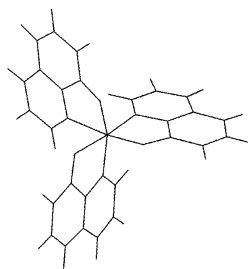
<20> 본 발명의 발광재료는 일반적으로 발광 소자의 발광 효율을 높이기 위해 사용되는 것으로 하기 화학식 1로 표현되는 Alq3 결정의 혼합물을 이용하는 것이다.

화학식 1

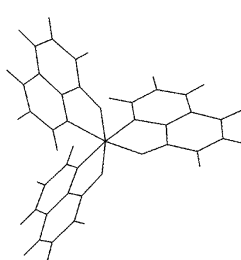


<21>

<22> Alq3는 이미 언급한 바와 같이, 그 자체가 하기 두 이성질체의 혼합물로서 정제 온도에 따라 각각 다른 혼합물이 결정 형태로 수득되는데, 저온에서 수득된 결정과 고온에서 수득된 결정의 전기 광학적 성질이 현저하게 다른 특징을 갖는다.



facial



meridonal

<23>

<24> 즉, 정제 시에 상대적으로 고온에서 형성된 결정은 초기값은 우수하나 수명이 짧고, 상대적으로 저온에서 형성된 결정은 초기값은 떨어지나 수명이 우수한 특성을 갖고 있다. 이는 고온결정과 저온결정에 존재하는 이성질체의 비율이 다른 것에 의한 것으로 생각되는데, 결과적으로 두 영역의 온도에서 수득된 정제 결정을 고온에서 정

제된 Alq3 결정에 대한 저온에서 정제된 Alq3 결정의 혼합비가 1:1~1:3이 되도록 혼합하여 사용함으로써 초기값과 수명을 조절할 수 있다.

<25> 상기 Alq3 정제 방법은 통상의 방법을 이용하는 것이 가능하다. 대표적인 승화 정제방법은 H. J. Wagner, et al., Journal of Materials Science, 17, 2781, (1982)에 개시되어 있는데, 열전도용 동관 내에 1m 정도의 길이를 갖는 유리관이 삽입되어 있고, 유리관내의 일단부 영역에 정제할 유기재료의 시료가 배치된다. 유기재료 시료 주위의 동관을 둘러싸도록 히터가 부착되어 있으며, 유리관의 내부를 200Pa 정도의 진공 상태로 유지하고, 히터에 의해 유리관 내의 시료를 가열하여 시료의 유기분자를 승화시킨다. 유리관은 온도 구배가 되어 있고, 유리관 내의 타단부 영역에서 유기 분자의 증기가 냉각되어 재결정화 된다. 이로써 유리관의 타단부 영역에서는 재결정화된 유기 결정이 생성되는 것이다.

<26> 본 발명의 결정을 얻기 위해 사용하는 승화 정제 방법에 대하여 보다 상세하게 설명하면 다음과 같다. 다수의 히터를 포함하는 승화정제장치 내에서 유기물질을 정제함에 있어서, 유기물질이 수용된 수용기가 포함되는 영역의 히터를 유기물질의 승화점에 해당하는 온도로 올리고, 다른 히터들을 상기 히터보다 순차적으로 낮은 온도를 갖도록 온도편차를 주는 단계; 및 원하는 생성물과 저온 생성물이 겹쳐서 생성되는 영역의 히터의 온도를 원하는 생성물이 생성되는 영역의 히터의 온도보다 더 높게 올리는 단계를 포함하는 방법이다. 즉, 수용기가 포함되는 영역의 히터의 온도를 유기물질의 승화점 이상으로 올리게 되면, 승화된 유기물질은 저온 영역의 진공 흐름 방향으로 운반된다. 이 때, 서로 다른 온도 값을 갖는 다수개의 히터에 의해 형성된 온도영역 중, 재승화가 가능한 온도영역에서 다양한 형태의 생성물들이 형성되는데, 원하는 생성물과 저온 생성물이 겹쳐서 생성되는 영역의 히터의 온도를 원하는 생성물이 생성되는 영역의 히터의 온도보다 높게 설정하면 저온 생성물은 고온 영역을 지나 다음 영역에 생성되므로 원하는 형태의 생성물과 분명한 분리가 이루어진다. 따라서 생성물이 맺힌 그대로 취하면 원하는 생성물과 저온 생성물질이 분명하게 분리된 시료를 얻을 수 있다.

<27> 본 발명의 목적을 달성하기 위해서는 상기 과정 중 고온 영역과 저온 영역의 수득물이 겹쳐서 생성되지 않도록 온도 구배를 크게 하는 것이 각각의 생성물을 독립적으로 얻어내기 유리하다. 보다 바람직하게는 본 발명의 저온 결정은 340~380℃의 범위에서, 고온 결정은 420~480℃의 범위에서 얻는 것이 효과적이며, 바람직하게는 양 결정의 정제 온도는 50 내지 100℃ 차이가 나는 것이 바람직하다. 결정의 정제 온도차가 50℃ 미만에서는 결정의 분리가 잘 일어나지 않고 결정들이 임의의 비율로 겹치는 영역이 증대되어 고온과 저온의 각각 생성물을 분리하기가 힘들게 될 수 있으며, 또한 100℃ 를 초과 시에는 결정의 분리가 크게 일어나서 분리 수득하기는 좋으나 급격한 온도차이로 순수한 결정을 얻기 힘들 가능성이 있으므로 온도 구배를 조절하여 정제를 하는 것이 좋다.

<28> 상기와 같이 얻어진 Alq3를 기판에 증착시켜 발광층을 얻을 수 있는데, 사용가능한 기판 재료로는 ITO Glass를 예로 들 수 있으나 이에 한정되지는 않는다.

<29> 고온과 저온에서 각각 정제된 Alq3 결정은 미리 혼합한 후, 진공 증착기를 이용하여 기판에 증착시킨다. 시료 준비는 각각 얻어진 고온결정과 저온결정의 수득물을 여러 비율비로 혼합하여 그라인딩한 후에 증착을 위한 크루시버 안에 담는 것으로 이루어진다. 크루시버에 담은 시료들로 증착 챔버에 로딩한 후 다음에 이어서 증착 챔버내의 감압과 가열이 행해지고, 유기물 각각의 기화온도에서 기화가 시작된다. 통상 진공 챔버의 압력은 10~6torr 정도로 유지한다. 유기물이 기화가 시작될 때는 유기물이 열을 받아서 안정화되지 못한 상태이기 때문에, 안정화될 때까지 셔터를 닫고 천천히 예열시킨다. 기화속도는 막 두께를 센서에 의해 모니터링함으로써 조절하고, 유기물들의 기화속도가 원하는 증착 속도로 안정되는 순간부터 셔터를 열어서 ITO Glass 기판에 유기물 증착을 시작한다. 음극 형성을 위한 메탈 증착 시에도 동일한 방법으로 진행된다.

<30> 한편 본 발명에 따른 유기전계 발광소자는 기판; 상기 기판 상에 형성된 제 1전극; 상기에서 수득한 발광재료를 사용하여 형성된 유기 발광층; 및 상기 유기 발광층 상부에 형성된 제 2전극을 포함한다. 도 1은 본 발명에 따른 유기전계 발광소자의 한 실시예를 도시한 것이다. 투명유리기판(1) 상에 제 1전극(2)이 설치되고, 그 위에 유기 발광층(3)이 형성되며, 그 상부에 제 2전극(4)이 형성되어 있다. 봉지재(8)를 이용하여 덮개판(7)으로 소자를 봉지하기 이전에 지지막(5) 및 흡습제(6)를 부착하여 고정한다.

<31> 유기전계 발광소자가 제작되면, 글로브박스 내에서 초기값 및 수명 평가 측정 장비를 이용하여 유기물의 초기값과 수명을 평가하게 된다. 최대한 수분과 산소에 노출되지 않는 상태를 지속적으로 유지하면서 측정되어야 하므로 상기 글로브박스 내 측정 시스템은 산소와 수분의 함량이 1ppm 이하로 유지되어야 하고, 글로브박스 측정 시스템 내부에는 흡습제를 포함할 수 있다. 상기 흡습제로는 CaO, BaO, P₂O₄ 등의 산화물 흡습제가 사용될 수

있다.

<32> 이하에서 실시예를 통하여 본 발명을 보다 상세하게 설명하고자 하나, 하기의 실시예는 설명의 목적을 위한 것으로 본 발명을 제한하고자 하는 것은 아니다.

<33> 실시예 1

<34> 투명전극(2)이 코팅된 유리기관(1)을 전처리 챔버에 넣고 산소를 흘려주면서 약 10분 동안 자외선 램프를 조사하여 자외선-오존을 발생시켜 전극표면을 세척하였다. 그 뒤 정공 수송층인 NPB 400 Å의 두께가 되도록 진공증착 방법으로 증착한 후, Alq3의 460°C에서 수득된 고온결정과 360°C에서 수득된 저온결정을 2:3의 무게비로 혼합하고 500 Å의 두께가 되도록 진공증착 방법으로 증착하였다. 그 바로 상부에 전자 주입층으로 적층된 유기전계 발광층(3), 및 제 2전극(4)으로서 금속전극인 알루미늄을 1000 Å 두께로 증착하여 소자 제작을 마쳤다.

<35> 소자의 봉지(Encapsulation)는 일반적으로 잘 알려져 있는 SUS Can과 광 경화 접착제를 사용하여 실시하였으며, 밀봉 전에 흡습제 필름을 미리 SUS Can에 부착하여 고정하였다. 모든 봉지 공정은 질소 분위기의 글로브박스 내에서 인라인으로 실시하였다. 봉지 공기공정 후 소자를 보호 및 실링공정을 수행한 글로브박스 안에서 평가 장비를 이용하여 초기값과 수명을 측정하였다.

<36> 비교예 1

<37> 유기물 중 발광층으로 사용되는 Alq3는 정제 시 460℃에서 얻어진 고온 결정 만을 사용한 것을 제외하고는, 실시예 1과 같은 방법으로 소자 제작을 마친 후 실시예 1과 동일한 조건으로 글로브박스 내에서 동일한 평가 장비를 이용하여 초기값 및 수명을 측정하였다.

<38> 비 교 예 2

<39> 유기물 중 발광층으로 사용되는 Alq3는 정제 시 360℃에서 얻어진 저온결정만을 사용한 것을 제외하고는, 실시예 1과 같은 방법으로 소자 제작을 마친 후 실시예 1과 동일한 조건으로 글로브박스 내에서 동일한 평가 장비를 이용하여 초기값 및 수명을 측정하였다.

<40> 상기 실시예 및 비교예로부터 측정된 초기값 및 수명을 도 2 및 3에 각각 도시하였다. 정제 방법에 따라 다르게 얻어진 고온결정과 저온결정은 초기값 및 수명에서 차이를 나타내었다. 고온 결정을 이용한 비교예 1에 따른 발광소자의 경우 초기값은 우수하나 수명이 저하되었으며, 저온 결정을 이용한 비교예 2에 따른 발광소자의 경우 초기값은 떨어지나 수명은 우수하게 측정되었고, 실시예 1에 따른 발광소자에 대해 초기값 및 수명을 측정한 결과, 초기값과 수명 특성이 모두 향상됨을 볼 수 있다.

발명의 효과

<41> 본 발명은 정제 온도에 따라 얻어진 고온 결정과 저온결정을 혼합함으로써 광도, 효율 및 수명이 우수한 발광재료를 제공하고 이를 유기전계 발광소자에 적용함으로써 효율적인 화면 표시장치를 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

<1> 도 1은 종래의 유기전계 발광소자의 개략적인 단면도이고;

도 2는 본 발명의 실시예와 비교예에 따라 제조된 유기전계 발광소자의 초기 특성값을 나타낸 그래프이며,

<3> 도 3은 본 발명의 실시예와 비교예에 따라 제조된 유기전계 발광소자의 수명특성을 나타낸 그래프이다.

<4> * 도면의 주요부분에 대한 부호 설명 *

<5> 1: 투명유리기관 2: 제 1전극

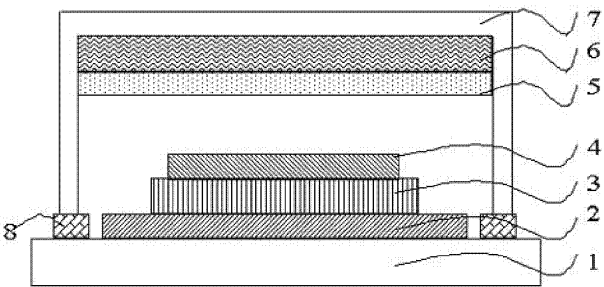
<6> 3: 유기 발광층 4: 제 2전극

<7> 5: 지지막 6: 흡습제

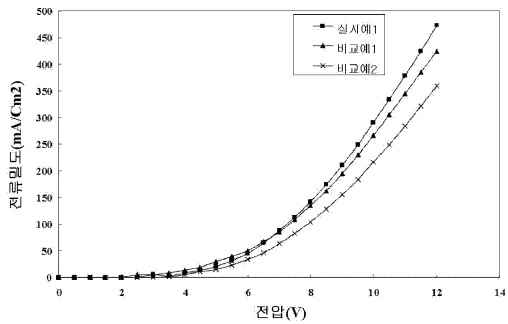
<8> 7: 덮개판 8: 봉지제

도면

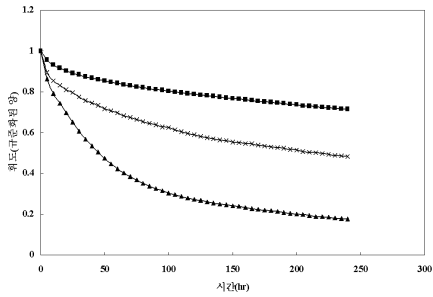
도면1



도면2



도면3



专利名称(译)	发光材料和使用其的有机电致发光器件		
公开(公告)号	KR100787757B1	公开(公告)日	2007-12-24
申请号	KR1020040109329	申请日	2004-12-21
[标]申请(专利权)人(译)	第一毛织株式会社		
申请(专利权)人(译)	第一毛织有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	第一毛织有限公司		
[标]发明人	KIM SUNGHEE 김성희 UH DONGSEON 어동선 IN KYUYEOL 인규열 KIM JONGSEOB 김종섭		
发明人	김성희 어동선 인규열 김종섭		
IPC分类号	C09K11/06		
代理人(译)	金鹤JE MOON, 惠姬		
其他公开文献	KR1020060070738A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明是一种有机电致发光，其特征在于它包括一发光材料的混合物，并使用相同的涉及有机电致发光器件，更具体地涉及确定和在低温下纯化的Alq 3的Alq 3晶体在高温下进行纯化本发明涉及用于发光器件的发光材料和使用该发光器件的有机电致发光器件，并且本发明的目的是提供使用本发明的发光材料的有机电致发光器件，有。

