(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。Int. Cl.[7]
C09K 11/06

(45) 공고일자 2003년08월09일
(11) 등록번호 10-0394509
(24) 등록일자 2003년07월31일

(21) 출원번호 10-2000-0003929
(22) 출원일자 2000년01월27일

(65) 공개번호 특2001-0076654
(43) 공개일자 2001년08월16일

(73) 특허권자 삼성에스디아이 주식회사
경기 수원시 팔달구 신동 575번지

(72) 발명자 기인서
대전광역시유성구전민동엑스포아파트206-1306

이지훈
대전광역시유성구전민동세종아파트101-306

(74) 대리인 최덕규

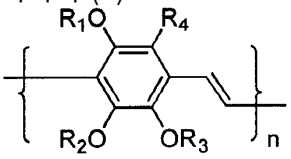
심사관 : 최성근

(54) 네개의 치환체를 갖는 페닐렌기를 포함하는 고기능성전기발광고분자

요약

본 발명의 고기능성 전기발광 고분자는 폴리(p-페닐렌비닐렌)(PPV)을 주쇄로 하고, 긴 사슬(long chain)의 지방족 알킬기 또는 알콕시기가 1개 이상 포함된 4개의 치환체가 페닐렌 링의 주쇄에 도입되는 구조로 이루어지며, 하기 화학식(1)으로 표시된다:

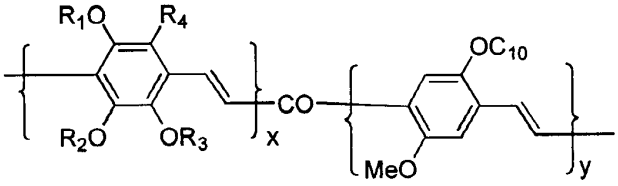
화학식 (1)



상기식에서 R $_1$, R $_2$, 및 R $_3$는 각각 독립적으로 C $_1$ $_{20}$인 긴 사슬의 알킬 또는 가지난 알킬이고, R $_4$는 C $_1$ $_{20}$인 긴 사슬의 알킬, 가지난 알킬, 또는 C $_1$ $_{20}$인 긴 사슬의 알콕시 또는 가지난 알콕시이다.

또한, 상기 전기발광 고분자 단량체 및 OC1C10-PPV의 단량체의 비율을 조절하면서 공중합시킴으로써 칼라튜닝이 용이한 하기 화학식(2)으로 표시되는 전기발광 고분자를 제조할 수 있다:

화학식 (2)



상기식에서 R $_1$, R $_2$, 및 R $_3$는 각각 독립적으로 C $_1$ $_{20}$인 긴 사슬의 알킬 또는 가지난 알킬이고, R $_4$는 C $_1$ $_{20}$인 긴 사슬의 알킬, 가지난 알킬, 또는 C $_1$ $_{20}$인 긴 사슬의 알콕시 또는 가지난 알콕시이고, 그리고 x는 0.1 0.9이고 y는 0.9 0.1이다.

상기 4개의 치환체가 도입된 PPV계 발광고분자는 일반적인 유기용매에 잘 용해되어 흠(defect)이 없는 우수한 박막을 형성할 수 있으며, 단층형 소자를 제작한 결과 소자의 구동 전압(voltage)이 3V 정도이며 504㎚ 근처에서 녹색계 파란색(greenish blue)을 나타낼 수 있고, OC1OC10과 공중합시킨 경우, 고분자 내의 비율에 따라 칼라 튜닝(color t

uning)이 가능하며, 발광소자의 구동 전압(voltage)은 2.3V, 최대 발광휘도는 약 23000cd/㎡, 및 최대 효율은 1.22lm/W이다.

대표도

도 1

명세서

도면의 간단한 설명

제1도는 본 발명의 다이오드용 전기발광 고분자의 모노머 및 발광 고분자 제조공정의 일 구체예를 보여주는 공정도이다.
제2도는 본 발명의 실시예 3에 의하여 제조된 비스(클로로메틸)트리메톡시(디메틸옥틸옥시)벤젠의 ^{1}H-NMR 스펙트럼이다.
제3도는 본 발명의 실시예 6에 의하여 제조된 비스(클로로메틸)디메틸옥틸옥시프로필트리메톡시벤젠의 ^{1}H-NMR 스펙트럼이다.
제4도는 본 발명의 실시예 7에 의하여 제조된 폴리{1,4(2-디메틸옥틸옥시-3,5,6-트리메톡시)페닐렌 비닐렌의 ^{1}H-NMR 스펙트럼이다.
제5도는 본 발명의 실시예 9에 의하여 제조된 폴리{1,4(2-디메틸옥틸옥시프로필-3,5,6-트리메톡시)페닐렌 비닐렌의 ^{1}H-NMR 스펙트럼이다.
제6도는 본 발명의 발광고분자를 사용하여 양극/버퍼층(buffer layer)/정공전달층/발광층/정공차단층/음극으로 제조되는 실시예 11의 발광 다이오드 단면도이다.
제7도는 본 발명의 실시예 7에 의하여 제조된 폴리{1,4(2-디메틸옥틸옥시-3,5,6-트리메톡시)페닐렌 비닐렌의 UV-Visible 스펙트럼, PL(photoluminescence) 스펙트럼, 및 이를 발광고분자로 사용한 [ITO/PEDOT/발광고분자/Ca/Al] 다이오드 구조의 EL(electroluminescence) 스펙트럼이다.
제8도는 본 발명의 실시예 7에 의하여 제조된 폴리{1,4(2-디메틸옥틸옥시-3,5,6-트리메톡시)페닐렌 비닐렌을 발광고분자로 사용한 [ITO/PEDOT/발광고분자/Ca/Al] 다이오드 구조의 전압-전류 밀도(voltage-current density) 특성을 보여주는 선도(diagram)이다.
제9도는 본 발명의 실시예 7에 의하여 제조된 폴리{1,4(2-디메틸옥틸옥시-3,5,6-트리메톡시)페닐렌 비닐렌을 발광고분자로 사용한 [ITO/PEDOT/발광고분자/Ca/Al] 다이오드 구조의 휘도-전류 밀도(luminance-current density) 특성을 보여주는 선도(diagram)이다.
제10도는 본 발명의 실시예 7에 의하여 제조된 폴리{1,4(2-디메틸옥틸옥시-3,5,6-트리메톡시)페닐렌 비닐렌을 발광고분자로 사용한 [ITO/PEDOT/발광고분자/Ca/Al] 다이오드 구조의 휘도-전압(luminance-voltage) 특성을 보여주는 선도(diagram)이다.
제11도는 본 발명의 실시예 8에 의하여 제조된 폴리{1,4(2-디메틸옥틸옥시- 3,5,6-트리메톡시)페닐렌-co-{1,4(2-메톡시-5-디메틸옥틸옥시)페닐렌} 비닐렌의 UV-Visible 스펙트럼, PL(photoluminescence) 스펙트럼, 및 이를 발광고분자로 사용한 [ITO/PEDOT/발광고분자/Ca/Al] 다이오드 구조의 EL(electroluminescence) 스펙트럼이다.
제12도는 본 발명의 실시예 8에 의하여 제조된 폴리{1,4(2-디메틸옥틸옥시-3,5,6-트리메톡시)페닐렌-co-{1,4(2-메톡시-5-디메틸옥틸옥시)페닐렌} 비닐렌을 발광고분자로 사용한 [ITO/PEDOT/발광고분자/Ca/Al] 다이오드 구조의 전압-전류 밀도(voltage-current density) 특성을 보여주는 선도(diagram)이다.
제13도는 본 발명의 실시예 8에 의하여 제조된 폴리{1,4(2-디메틸옥틸옥시-3,5,6-트리메톡시)페닐렌-co-{1,4(2-메톡시-5-디메틸옥틸옥시)페닐렌} 비닐렌을 발광고분자로 사용한 [ITO/PEDOT/발광고분자/Ca/Al] 다이오드 구조의 휘도-전류 밀도(luminance-current density) 특성을 보여주는 선도(diagram)이다.
제14도는 본 발명의 실시예 8에 의하여 제조된 폴리{1,4(2-디메틸옥틸옥시-3,5,6-트리메톡시)페닐렌-co-{1,4(2-메톡시-5-디메틸옥틸옥시)페닐렌} 비닐렌을 발광고분자로 사용한 [ITO/PEDOT/발광고분자/Ca/Al] 다이오드 구조의 휘도-전압 밀도(luminance-voltage density) 특성을 보여주는 선도(diagram)이다.
제15도는 본 발명의 실시예 9에 의하여 제조된 폴리{1,4(2-디메틸옥틸옥시프로필-3,5,6-트리메톡시)페닐렌 비닐렌의 UV-Visible 스펙트럼, PL(photoluminescence) 스펙트럼, 및 이를 발광고분자로 사용한 [ITO/PEDOT/발광고분자/Ca/Al] 다이오드 구조의 EL(electroluminescence) 스펙트럼이다.
제16도는 본 발명의 실시예 9에 의하여 제조된 폴리{1,4(2-디메틸옥틸옥시프로필-3,5,6-트리메톡시)페닐렌 비닐렌을 발광고분자로 사용한 [ITO/PEDOT/발광고분자/Ca/Al] 다이오드 구조의 전압-전류 밀도(voltage-current density) 특성을 보여주는 선도(diagram)이다.
제17도는 본 발명의 실시예 9에 의하여 제조된 폴리{1,4(2-디메틸옥틸옥시프로필-3,5,6-트리메톡시)페닐렌 비닐렌을 발광고분자로 사용한 [ITO/PEDOT/발광고분자/Ca/Al] 다이오드 구조의 휘도-전류 밀도(luminance-current density) 특성을 보여주는 선도(diagram)이다.

제18도는 본 발명의 실시예 9에 의하여 제조된 폴리{1,4(2-디메틸옥틸옥시프로필-3,5,6-트리메톡시)페닐렌 비닐렌을 발광고분자로 사용한 [ITO/PEDOT/발광고분자/Ca/Al] 다이오드 구조의 휘도-전압 밀도(luminance-voltage density) 특성을 보여주는 선도(diagram)이다.

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

발명의 분야
본 발명은 전기발광 고분자에 관한 것이다. 보다 구체적으로, 본 발명은 고순도의 녹색(green color)의 발광이 가능한 고휘도의 전기발광고분자에 관한 것으로, 페닐렌비닐렌기를 주쇄로 하고, 입체장애가 큰 4개의 치환기를 주쇄에 함유함 으로써 순도 높은 녹색의 발광이 가능하고 칼라 튜닝(color tuning)이 우수한 전기발광 고분자 및 이를 적용한 발광 다이오드에 관한 것이다.
발명의 배경
실리콘이 반도체 재료로 사용된 이래 눈부신 발전을 거듭해온 전자기술은 인류의 문화생활을 크게 향상시켰다. 특히, 최근 광통신과 멀티미디어 분야의 빠른 성장은 고도의 정보화 사회로의 발전을 가속화시키고 있다. 이에 따라, 광자(photon)의 전자(electron)로의 변환, 또는 전자(electron)의 광자(photon)로의 변환을 이용하는 광전자소자(optoelectronic device)는 현대 정보전자산업의 핵이 되고 있다. 이러한 반도체 광전자소자는 크게 전기발광소자, 수광소자, 및 이것들이 결합된 소자로 분류할 수 있다. 이제까지 대부분의 디스플레이는 수광형인데 반해 자기 발광형인 전기발광 디스플레이(electroluminescence display)는 응답속도가 빠르며 자기 발광형이기 때문에 배면광(backlight)이 필요없고, 휘도가 뛰어나는 등 여러 가지 장점을 가지고 있어 전기발광소자의 개발은 미래형 천연색 표시소자에의 응용성으로 인하여 최근 가장 연구가 활발히 이루어지고 있는 분야이다. 이러한 전기발광 현상은 GaN, ZnS, 및 SiC 등을 이용한 무기물 반도체에서 잘 개발되어 실제적인 표시소자로 사용되고 있다. 그러나, 무기물로 이루어진 전기발광(EL) 소자의 경우 구동전압이 교류 200V 이상 필요하고, 소자의 제작방법이 진공증착으로 이루어지므로 대형화가 어렵고 가격 또한 고가인 단점이 있다. 상기 문제점을 극복하기 위하여 유기 및 고분자 소재를 이용한 전기발광 현상도 알려져 있 는데, 유기 전기발광현상(electroluminescence, EL)은 유기물질에 전기장을 걸어주면 전자 및 정공(hole)이 각각 음극 및 양극에서 전달되어 물질 내에서 결합하고, 이때 생성되는 에너지가 빛으로 방출되는 현상이다.
유기물질의 전기발광 현상은 1963년 Pope 등에 의하여 발표되었으며, 1987년 이스트만 코닥(Eastmann Kodak)에서 Tang 및 Vanslyke 등에 의하여 알루미나-퀴논(alumina-quinone, Alq_3)이라는 π-공액 구조의 색소로 제작된 소자로서 10V 이하에서 양자효율이 1%, 휘도가 1000cd/㎡의 다층구조를 갖는 발광소자가 발표된 이후 많은 연구가 진행되고 있다. 이들은 합성경로가 간단하여 다양한 형태의 물질합성이 용이하며 칼라 튜닝이 가능한 장점이 있다. 그러나, 가공성이나 열안정성이 낮고 또한 전압을 걸어주었을 때 발광층내의 줄(Joule)열이 발생하여 분자가 재배열함에 따라 소자가 파괴되어 발광효율이나 소자의 수명에 문제를 야기시키므로 이를 보완한 고분자 구조를 갖는 유기 전기발광 소자로 대체가 진행되고 있다. 고분자 주쇄에 있는 π-전자 파동함수의 중첩에 의해 에너지 준위가 전도대와 가전도대로 분리되고 그 에너지 차이에 해당하는 밴드 간격(band gap) 에너지에 의하여 고분자의 반도체적인 성질이 결정되며 완전 색상(full color)의 구현이 가능하다. 이러한 고분자를 'π-전자공액 고분자(π-conjugated polymer)' 라고 한다.
영국의 Cambridge 대학 연구진에 의하여 공액 이중결합을 갖는 고분자인 폴리(p-페닐렌비닐렌) (poly (p-phenylenevinylene): 이하 PPV)을 이용한 전기 발광 소자가 1990년에 처음으로 발표된 후 유기고분자를 이용한 연구가 활발히 진행되고 있다. 즉, 짧은 기간임에도 불구하고 가시광 영역에서의 효율이 기존의 무기물 반도체로 만들어진 LED를 능가하는 고분자 LED가 개발되었을 뿐만 아니라 Full-color화에 필요한 Red, Green, 및 Blue의 발광고분자도 개발되었다. 통상 발광고분자는 대표적으로 PPV계를 주쇄로 하고, 알콕시기, 알킬기, 또는 아릴기가 1 2개 치환된 고분자이며, 이를 적용하여 발광 다이오드를 제작했다. 그러나, Full-color화를 실현하기 위하여는 발광효율, 구동전압 등에서 해결해야될 많은 문제점이 있다.
대표적인 고분자 전기발광 표시(polymer electroluminescent display, ELD) 소자의 재료인 전구체(precusor) PPV 유도체의 경우 일반적으로 다음과 같은 문제점이 있다.
완전한 PPV 유도체를 만들기 위해서 술포늄염을 제거해야 하는데 완전히 제거하기가 어렵고, 박막을 형성할 경우 미반응의 술포늄염이 서서히 제거되면서 핀 홀 등이 생기므로 막의 균일성이 좋지 않다.
최근에 상기 문제점을 해결하기 위하여 유기용매에 용해가 가능하도록 친유성 치환체를 도입한 PPV가 개발되고 있다. 즉, 유기용매에 용해될 수 있는 치환체,예를 들면, 에틸헥실옥시(ethylhexyloxy) 또는 디메틸옥틸옥시(dimethyloctyloxy) 등을 도입하고, Gilch 중합법(Dehydrogenhalogenation)을 이용하여 상기 문제를 극복하고 있으나, 특히 전자 공여체(electron donor)인 알콕시기가 도입되면 전자 효과(electronic effect)에 의하여 그 발광 스펙트럼은 붉은색-전환(red-shift)되어 오렌지(orange) 영역에서 발광한다.
일반적으로 짧은 파장에서 장파장으로 에너지 전이가 쉽게 일어나는 유기 EL 고분자의 특성상, 다른 도핑화합물이나, 공중합을 통한 칼라 튜닝에는 한계가 있다. 또한, 녹색영역에서 발광을 하는 유기 EL 고분자로 알려진, 치환된 페닐기

를 포함하는 poly(arylene vinylene)계 고분자는 그 발광영역이 노란색을 띤 녹색(yellowish green) 영역으로 노란색쪽에 가까운 녹색발광을 할뿐만 아니라, 합성법이 매우 어렵고, 특히 브롬이 치환된 화합물을 얻게되어 칼라 튜닝을 위한 상기 디알콕시-폴리페닐렌비닐렌(dialkoxy-PPV)계와의 공중합시 반응성의 차이로 인하여 정확한 칼라 튜닝 및 분자량 조절이 어렵다.
이와 같이 대표적인 유기 전기발광 소자의 재료로 사용되는 π-전자 공액 고분자 유도체인 PPV의 경우 중합법에 따라 특성이 많이 변하고, device의 재현성이 부족하여 박막형성이 어려운 문제가 발생하기 때문에 공정상 대량생산에는 어느 정도 한계를 갖는다. 즉, 최종 고분자까지 5 6 단계의 긴 합성과정을 거치게 되어, 발광색의 순도가 떨어진다.
이에 본 발명자들은 종래에 알려진 PPV계 발광 고분자의 단점을 극복하기 위하여, PPV의 치환체를 적절하게 도입하면서 그 치환체의 입체효과에 의하여 공액 고분자 내의 유효공액 길이(effective conjugation length)를 변화시켜 발광특성을 변화시킬 수 있고, Gilch 중합과정 중에 발생하는 부반응에 의하여 야기되는 발광의 열화를 방지하며, 박막특성이 좋은 고분자를 얻어 제조공정 상의 불량발생 가능성을 감소시킬 수 있음을 발견하였다. 즉, 본 발명자들은 4개의 치환체를 도입함 으로써 발생되는 치환체의 입체효과에 의하여 공액 고분자내의 유효공액길이를 조절하여 순도높은 녹색발광을 하는 고휘도의 전기발광고분자를 개발하게 되었다. 또한, 상기 전기발광 고분자에 비대칭인(asymmetric) 치환체를 도입하여 고분자의 결정성을 낮추고, 유기용매에 대한 용해도가 증가하여 흠(defect)이 없는 고분자가 합성되는 등 박막특성이 크게 개선되고, 다른 고분자와의 공중합을 통하여 칼라 튜닝이 용이한 고효율의 유기 EL 발광 고분자를 개발하게 되었다.

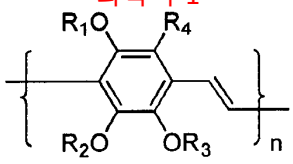
발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명의 목적은 PPV를 주쇄로 하고, 입체장애가 큰 치환체 4개를 주쇄에 치환시켜 주쇄의 유효공액 길이를 조절함으로써 순도높은 녹색 발광특성을 갖는 전기 발광 고분자를 제공하기 위한 것이다.
본 발명의 다른 목적은 PPV 주쇄에 비대칭인 치환체를 도입하여 고분자의 결정성을 낮추고, 유기용매에 대한 용해도를 증가시켜 스핀 코팅에 의하여 박막을 제조할 수 있으며, 박막특성이 우수한 전기발광 고분자를 제공하기 위한 것이다.
본 발명의 또 다른 목적은 PPV를 주쇄로 하고, 4개의 치환체가 주쇄에 도입된 전기발광 고분자 및 폴리{1,4(2-메톡시-5-디메틸옥틸옥시)페닐렌 비닐렌 (Poly{1,4(2-methoxy-5-dimethyloctyloxy)phenylene vinylene; 이하 OC1C10-PPV)을 공중합함으로써 녹색에서 오렌지색 영역까지 칼라 튜닝이 용이한 고효율의 유기 전기발광 고분자를 제공하기 위한 것이다.
본 발명은 상기의 목적 및 기타의 목적들은 하기의 설명되는 바에 의하여 모 두 달성될 수 있다.

발명의 구성 및 작용

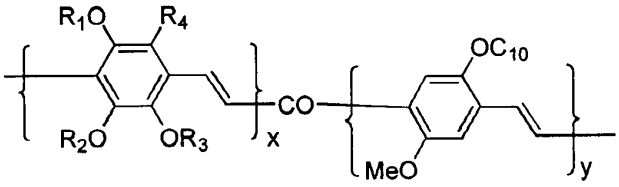
본 발명의 전기발광 고분자는 폴리(p-페닐렌비닐렌)(PPV)을 주쇄로 하고, 긴 사슬(long chain)의 지방족 알킬기 또는 알콕시기가 1개 이상 포함된 4개의 치환체가 페닐렌 링의 주쇄에 도입되는 구조를 갖는다. 본 발명의 전기발광 고분자는 하기 화학식(1)으로 표시된다:

화학식 1



상기식에서 R_1, R_2, 및 R_3는 각각 독립적으로 $C_{1\ 20}$인 긴 사슬의 알킬 또는 가지난 알킬이고, R_4는 $C_{1\ 20}$인 긴 사슬의 알킬, 가지난 알킬, 또는 $C_{1\ 20}$인 긴 사슬의 알콕시 또는 가지난 알콕시이다.
상기 발광 고분자는 고분자 주쇄의 페닐렌 링에 긴 사슬의 알킬 또는 알콕시를 포함하는 4개의 치환기가 도입된 테트라알콕시-PPV(tetraalkoxy-PPV) 또는 트리알콕시알킬-PPV(trialkoxyalkyl-PPV)로서 일반적인 유기용매에 대한 용해도가 증가되고, 전극과의 계면특성이 향상되어 흠(defect)이 없는 우수한 박막을 형성할 수 있다. 치환체가 4개 도입된 상기 발광고분자는 구동전압이 약 3 6V이고, 순도 높은 녹색을 발하는 발광 디스플레이를 제작할 수 있으며, 전기광학 특성이 우수하다.
또한, 상기 화학식(1)으로 표시되는 본 발명의 전기발광 고분자와 기존의 발광 고분자인 OC1C10-PPV를 공중합하여 하기 화학식(2)의 발광 고분자를 제조할 수 있다.

화학식 2



상기식에서 R_1, R_2, 및 R_3는 각각 독립적으로 $C_{1\ 20}$인 긴 사슬의 알킬 또는 가지난 알킬이고, R_4는 $C_{1\ 20}$인 긴 사슬의 알킬, 가지난 알킬, 또는 $C_{1\ 20}$인 긴 사슬의 알콕시 또는 가지난 알콕시이고, 그리고 x는 0.1 0.9이고 y는 0.9 0.1이다. 상기 공중합 전기발광 고분자는 상기 화학식(1)의 발광 고분자를 OC1C10-PPV의 모노머와 공중합시킨 것으로, 이를 사용하여 제작된 발광 디스플레이는 구동전압이 3V이고, 최대 발광휘도가 약 23000cd/㎡며, 소자의 최대효율은 1.22 lm/W이다. 또한, 소자 제조시 OC1C10-PPV의 함량에 따라 녹색에서 오렌지까지 칼라 튜닝이 가능하다.

본 발명의 전기발광 고분자는 종래의 위티그 축합(Wittig condensation) 중합법에 의하여 합성된 발광고분자의 분자량이 약 10,000 정도인 것에 비하여, 고분자량을 얻을 수 있는 길치(Gilch) 중합법을 이용함으로써 수평균분자량(Mn)이 약 10,000 1,000,000 정도이고 분자량 분포가 1.5 5.0이다.

본 발명의 PPV를 주쇄로 하고, 4개의 치환체가 페닐렌링에 치환된 전기발광 고분자를 발광층으로 하여 발광 다이오드(EL diode)를 제작할 수 있다. 또한, 본 발명에서 제조된 상기 고분자의 단량체와 기존에 잘 알려진 발광 고분자인 OC1C10-PPV의 단량체를 공중합하여, 이를 발광층으로 사용하는 발광 다이오드를 제작할 수 있다.

제6도는 본 발명의 발광고분자를 사용하여 양극/버퍼층(buffer layer)/정공전달층/발광층/정공차단층/음극으로 제조되는 실시예 11의 발광 다이오드 단면도이다.

발광 다이오드는 양극/발광층/음극, 양극/버퍼층(buffer layer)/발광층/음극, 양극/버퍼층(buffer layer)/정공전달층/발광층/음극, 양극/버퍼층(buffer layer)/정공전달층/발광층/전자전달층/음극, 및 양극/버퍼층(buffer layer)/정공전달층/발광층/정공차단층/음극으로 이루어진 구조를 갖는다. 보통 양극은 투명한 ITO 유리를 사용하고 음극은 일 함수(work function)가 작은 Al, Al:Li, 또는 Ca을 사용한다. 전자전달층 및 정공전달층은 운반자들을 발광 고분자로 효율적으로 전달시켜 줌으로써 발광 고분자 내에서 발광 결합의 확률을 크게 하기 위하여 사용한다. 버퍼층으로 폴리티오펜(polythiophene), 폴리아닐린(polyaniline), 폴리아세 틸렌(polyacetylene), 폴리피롤(polypyrrole), 또는 폴리 페닐렌비닐렌 유도체를 사용하는 것이 바람직하며, 정공차단층으로 LiF 또는 MgF_2가 사용된다.

본 발명은 하기의 실시예에 의하여 보다 명확히 이해될 수 있으며, 하기의 실시예는 본 발명의 예시 목적에 불과하며 발명의 영역을 제한하고자 하는 것은 아니다.

실시예 1 : Trimethoxyphenol (1)의 제조

1000㎖ 플라스크에 트리메톡시벤즈알데히드(trimethoxybenzaldehyde) 29.4g (150mmol)을 디클로로메탄(dichloromethane) 500㎖에 용해시킨 후에 0℃에서 m-CPBA 40g(180mmol)을 천천히 적가하였다. 온도를 천천히 상온까지 승온시킨 후, 하루동안 교반하였다. 물 200㎖와 탄산수소나트륨(sodiumbicarbonate)의 수용액 300㎖를 적하한 후에 10분 동안 교반하였다. 층을 분리한 후에 유기층을 분리하고, 수용액 층을 디클로로메탄(dichloromethane) 300㎖로 한번 더 추출하였다. 상기 추출된 액에 상기 유기층을 첨가하여 그 속에 무수 $MgSO_4$를 넣어 건조시킨 후에 여과(filtering)하여 유기용액을 진공 건조시켰다. 얻어진 오일을 컬럼 크로마토그래피(column chromatography) (전개액 : n-헥산/에틸아세테이트 = 4/1)를 이용하여 정제하여 트리메톡시페놀(trimethoxyphenol) 22g(119mmol, 수율 79%)를 얻었다. 상기 트리메톡시페놀의 구조는 ^{1}H-NMR을 통하여 확인하였다. ^{1}H-NMR($CDCl_3$) : δ 3.79(s, 3H), 3.82(s, 3H), 3.828(s, 3H), 5.46(br, 1H), 6.56(s, 1H), 6.59(s, 1H)

실시예 2 : Trimethoxy(dimethyloctyloxy)benzene (2)의 제조

트리메톡시페놀 22g (119mmol)을 DMF 300㎖에 용해시킨 후에, K_2CO_3 49g(357mmol)과 촉매량의 KI(10g)를 적가하고, 디메틸옥틸브로마이드(dimethyloctylbromide) 52g(238mmol)을 첨가하였다. 이 혼합액을 150℃에서 12시간동안 교반한 후에 물 300㎖를 넣었다. 10% NaOH 수용액을 300㎖ 첨가한 후에 10분 동안 교반하였다. 층을 분리한 후에 유기층을 분리하고, 수용액 층을 n-헥산 300㎖로 한번 더 추출하였다. 상기 추출된 액에 상기 유기층을 첨가한 다음, 그 속에 무수 $MgSO_4$를 넣어 건조하고, 여과시키며 유기용액을 진공건조시켰다. 얻어진 오일을 컬럼 크로마토그래피(전개액 : n-헥산)를 이용하여 정제하여 25g(77.1 mmol)의 트리메톡시디메틸옥틸벤젠을 얻었다. 상기 트리메톡시디메틸옥틸벤젠의 구조는 ^{1}H-NMR을 통하여 확인하였다. ^{1}H-NMR($CDCl_3$) : δ 0.85 0.95(m, 9H), 1.14 1.32(m, 6H), 1.52 1.78(m, 3H), 1.83 1.93(m, 1H), 3.83(s, 3H), 3.837(s, 3H), 3.84(s, 3H), 3.97 4.03(m, 2H), 6.59(s, 1H), 6.60(s, 1H)

실시예 3 : Bis(chloromethyl)trimethoxy(dimethyloctyloxy)benzene (3)의 제조

트리메톡시디메틸옥틸벤젠 25g(77.1mmol)을 클로로메틸 메틸에테르(chloromethyl methylether)(31g, 385 mmol)에 첨가한 후에 5 ㎖의 황산을 넣었다. 8시간 동안 50℃에서 교반한 후에, 상온에서 물 300㎖와 n-헥산을 300㎖ 첨가하고 10분 동안 교반하였다. 층을 분리한 후에 유기층을 분리하고, 수용액 층을 n-헥산 300㎖로 한번 더 추출하였다. 상기 추출된 액에 상기 유기층을 첨가하여, 그 속에 무수 $MgSO_4$를 넣어 건조시킨 후에 여과하여 유기용액을 진공 건조시켰다. 얻어진 오일을 컬럼 크로마토그래피(전개액 : n-헥산/톨루엔 = 10/1)를 이용하여 정제하여, 비스(클로로메틸)트리메톡시디메틸옥틸옥시벤젠 7g(16.6mmol, 수율 22%)를 얻었다. 구조는 ^{1}H-NMR을 통하여 확인하였다. ^{1}H-NMR($CDCl_3$) : δ 0.85 0.90(m, 6H), 0.96 0.99(m, 3H), 1.17 1.37(m, 6H), 1.52 1.78(m, 3H), 1.83 1.

93(m, 1H), 3.88(s, 3H), 3.92(s, 3H), 3.93(s, 3H), 3.92 3.95(m, 2H), 4.70(s, 4H)

실시예 4 : Trimethoxyphenylpropanol (4)의 제조

2,4,5-트리메톡시신나믹산(2,4,5-trimethoxycinnamic acid) 5g (21mmol)을 에테르(200ml)에 용해시킨 다음, $LiAlH_4$ 1.2g (31mmol)을 0°C에서 천천히 적가하였다. 온도를 상온으로 승온시킨 후에, 6시간 동안 교반하고, 물을 천천히 적가하였다. 이때, 남아있는 $LiAlH_4$ 가 물과 과격하게 반응하므로 반응 플라스크에 냉각기를 달고 0°C로 온도를 낮춘 다음, 물을 한 방울씩 천천히 적가하였다. 약 2ml의 물을 적가한 다음, 에틸 아세테이트 300ml를 추가로 첨가하고 무수 $MgSO_4$ 를 넣어 건조한 후에 여과시키고 유기용액을 진공 건조하였다. 얻어진 오일을 컬럼 크로마토그래피(전개액 : n-헥산/에틸 아세테이트 = 1/4)를 이용하여 정제하여 2.61g(11.5 mmol)의 트리메톡시페닐프로판올을 얻었다. 상기 트리메톡시페닐프로판올의 구조는 ^{1}H-NMR을 통하여 확인하였다. δ 1.76 1.85(m, 2H), 2.65(t, 2H), 3.57(t, 2H), 3.82 3.88(m, 9H), 6.52(s, 1H), 6.87(s, 1H)

실시예 5 : Dimethyloctyloxypropyltrimethoxybenzene (5)의 제조

트리메톡시페닐프로판올 2.61g(11.5mmol)을 THF 30ml와 HMPA 6ml에 넣은 후에 NaH 0.55g(7.5mmol)을 0°C에서 적가하였다. 80°C에서 1시간 동안 교반한 다음, 디메틸옥틸 브로마이드(dimethyloctyl bromide) 5g(23 mmol) 을 넣었다. 80°C에서 6시간 동안 교반하고 물 50ml를 첨가한 후에 10분 동안 교반하였다. 층을 분리한 후에 유기층을 분리하고, 수용액 층을 n-헥산 100ml로 한번 더 추출하였다. 상기 추출된 액에 유기층을 첨가하고, 그 속에 무수 $MgSO_4$ 를 넣어 건조시킨 다음 여과시켜 유기용액을 진공건조시켰다. 얻어진 오일을 컬럼 크로마토그래피(전개액 : n-헥산/톨루엔 = 10/1)를 이용하여 정제하여 2.7g(7.5mmol, 수율 65%)의 디메틸옥틸옥시프로필트리메톡시벤젠을 얻었다. 상기 디메틸옥틸옥시프로필트리메톡시벤젠의 구조는 ^{1}H-NMR을 통하여 확인하였다. δ 0.86 0.91(m, 9H), 1.14 1.32(m, 6H), 1.52 1.78(m, 4H), 1.82 1.87(m, 2H), 2.63(t, 2H), 3.43(m, 4H), 3.81(s, 3H), 3.84(s, 3H), 3.89(s, 3H), 6.52(s, 1H), 6.72(s, 1H)

실시예 6 : Bis(chloromethyl)dimethyloctyloxypropyltrimethoxybenzene (6)의 제조

디메틸옥틸옥시프로필트리메톡시벤젠 2.7g(7.5mmol)을 클로로메틸 메틸에테르(3.1g, 38.5 mmol)에 첨가한 후에 0.5 ml의 황산을 넣었다. 8시간 동안 50°C에서 교반한 다음, 상온에서 물 100ml와 n-헥산을 100ml 첨가하고 10분 동안 교반하였다. 층을 분리한 후에 유기층을 분리하고, 수용액 층을 n-헥산 100ml로 한번 더 추출하였다. 상기 추출액에 상기 유기층을 첨가하여, 그 속에 무수 $MgSO_4$ 를 넣어 건조한 다음 여과시켜 유기용액을 진공 건조시켰다. 얻어진 오일을 컬럼 크로마토그래피 (전개액 : n-헥산/톨루엔 = 10/1)를 이용하여 정제하여 비스(클로로메틸)디메틸옥틸옥시프로필트리메톡시벤젠 540mg (1.16 mmol, 수율 16%)을 얻었다. 상기 비스(클로로메틸)디메틸옥틸옥시프로필트리메톡시벤젠의 구조는 ^{1}H-NMR을 통하여 확인하였다. δ 0.87 0.95(m, 9H), 1.14 1.42(m, 7H), 1.52 1.78(m, 3H), 1.83 1.93(m, 2H), 2.76 2.82(m, 2H), 3.47(t, 4H), 3.89(s, 3H), 3.93(s, 3H), 3.97(s, 3H), 4.70(s, 2H), 4.73(s, 2H)

실시예 7 : Poly{1,4(2-dimethyloctyloxy,3,5,6-trimethoxy)phenylene vinylene (7)의 제조

실시예 3에 의하여 제조된 모노머 (3) 430mg(1mmol)을 무수(anhydrous) THF 63ml에 용해시켜(0.016M solution) 0°C에서 상기 용액을 교반하면서 포타슘 터셔리-부톡사이드(potassium tert-butoxide) 4ml(1.0mol solution in THF, 4 당량)를 천천히 첨가하였다. 포타슘 터셔리-부톡사이드의 양이 1.5 2.0당량을 넘으면서 상기 용액은 점점 점성을 나타내기 시작하였다. 약 3시간 동안 교반시킨 후에, 상기 반응물을 다량의 메탄올(500ml)에 침전시켰다. 생성된 침전물을 여과시켜 Soxhlet 장치에 옮긴 다음, 메탄올을 증류시키면서 정제하고 클로로포름으로 용해시키고 메탄올에 재침전시켜 최종 고분자를 얻었다(수율 약 70%). 얻어진 고분자의 수평균분자량은 대략 200,000 300,000이었다.

실시예 8 : Poly{1,4 (2-dimethyloctyloxy-3,5,6-trimethoxy) phenylene-co- (1'-methoxy-4'-dimethyloctyloxy)phenylene vinylene (8)(Tetraalkoxy-PP-co -OC1OC10-PPV)의 제조

실시예 3에서 얻어진 모노머 (3)와 2,5-비스(클로로메틸)-1-디메틸옥틸옥시-4-메톡시벤젠을 여러 가지 몰 조성비로 조절하면서 무수 THF(0.016M solution)에 용해시켰다. 0°C에서 용액을 교반하면서 포타슘 터셔리-부톡사이드(1.0mol solution in THF, 4 당량)를 천천히 첨가하였다. 포타슘 터셔리-부톡사이드의 양이 1.5 2.0 당량을 넘으면서 용액이 점점 점성을 나타내기 시작하였다. 약 3시간 동안 교반시킨 다음, 상기 반응물을 다량의 메탄올(500ml)에 침전시켰다. 상기 생성된 침전물을 여과시켜 Soxhlet 장치에 옮긴 후에, 메탄올을 증류시키면서 정제하고 클로로포름으로 용해시키고, 메탄올에 재침전시켜 최종 고분자를 얻었다(수율 약 70%). 얻어진 고분자의 수평균분자량은 대략 200,000 300,000이었다.

실시예 9 : Poly{1,4(2-dimethyloctyloxypropyl-3,5,6-trimethoxy)phenylene vinylene (9)의 제조

실시예 6에 의하여 제조된 모노머 (6) 170mg(0.37mmol)을 무수 THF 23ml에 용해시켜(0.016M solution) 0°C에서 상기 용액을 교반하면서 포타슘 터셔리-부톡사이드 1.47ml(1.0mol solution in THF, 4당량)를 천천히 첨가하였다. 포타슘 터셔리-부톡사이드의 양이 1.5 2.0 당량을 넘으면서 용액이 점점 점성을 나타내기 시작하였다. 약 3시간 동안 교반시킨 다음, 상기 반응물을 다량의 메탄올(100ml)에 침전시켰다. 생성된 침전물을 여과시켜 Soxhlet 장치에 옮긴 후에, 메탄올을 증류시키면서 정제하고 클로로포름으로 용해시켜 메탄올에 재침전시켜 최종 고분자를 얻었다(수율 약 40%). 얻어진 고분자의 수평균분자량은 대략 20,000이었다.

실시예 10 : Poly{1,4 (2-dimethyloctyloxypropyl-3,5,6-trimethoxy) phenylene-co- (1'-methoxy-4'-dimethyloctyloxy)phenylene vinylene (10) (Trialkoxyalkyl-PP- co-OC1OC10-PPV)의 제조

실시예 6에 의하여 제조된 모노머 (6)와 2,5-비스(클로로메틸)-1-디메틸옥틸 옥시-4-메톡시벤젠을 여러 가지 몰조성비로 조절하면서 무수 THF (0.016M solution)에 용해시켜 0°C에서 용액을 교반하면서 포타슘 터셔리-부톡사이드(1.0mol solution in THF, 4당량)를 천천히 첨가하였다. 포타슘 터셔리-부톡사이드의 양이 1.5 2.0 당량을 넘으면서 용액이 점점 점성을 나타내기 시작하였다. 약 3시간 동안 교반시킨 후, 상기 반응물을 다량의 메탄올(500ml)에 침전

시켰다. 생성된 침전물을 여과시켜 Soxhlet 장치에 옮긴 후, 메탄올을 증류시키면서 정제하고 클로로포름으로 용해시켜 메탄올에 재침전시켜 최종 고분자를 얻었다(수율 약 70%). 얻어진 고분자의 수평균분자량은 대략 200,000 300,000이었다.

실시예 11 : 전기발광소자의 제작

실시예 7, 8, 9, 및 10에서 제조된 발광고분자를 이용하여 전기발광 디바이스를 제작하였다. 제작된 EL device의 구조를 도6에 나타내었다. EL device의 제작과정은 ITO(indium-tin oxide)를 유리기판 위에 코팅한 투명전극 기판을 깨끗이 세정한 후, 원하는 모양으로 ITO를 감광성 수지(photoresist resin)와 에천트(etchant)를 이용하여 페터닝(patterning)하고, 다시 깨끗이 세정하였다. 그 위에 전도성 버퍼층(conductive buffer layer)으로 Bayer사의 Batron P 4083을 약 500 Å의 두께로 코팅한 다음, 180℃에서 약 1시간 동안 베이킹(baking)하였다. 클로로벤젠에 용해시켜 제조된 유기 발광 고분자 용액을 스핀코팅하고, 베이킹 처리한 후에, 진공오븐 내에서 용매를 완전히 제거하여 고분자 박막을 형성시켰다. 고분자 용액은 0.2㎛ 필터로 여과시켜, 스핀코팅하였으며, 고분자 박막 두께는 고 분자 용액의 농도 및 스핀 속도(spin rate)를 조절하여 자유롭게 조절할 수 있었다. 발광 고분자 두께는 약 50 500㎚ 정도였다. 그리고, 절연층(insulating layer) 및 메탈전극은 진공증착기(thermoevaporator)를 이용하여 진공도를 4×10^{-6} torr 이하로 유지하면서 증착시켜 형성하였다. 증착시 막 두께 및 막의 성장 속도는 크리스탈 센서(crystal sensor)를 이용하여 조절하였으며, 발광면적은 4㎟이었고 구동전압은 직류전압으로 순방향 바이어스 전압(forward bias voltage)을 사용하였다.

실시예 12 : 고분자 필름의 UV-Visible, PL(photoluminescence) 특성

실시예 7, 8, 9, 및 10으로부터 제조된 발광고분자 용액들을 유리(glass) 위에 스핀 코팅하여 고분자 박막을 형성한 후에, UV 흡수 피크와 Photoluminescence(PL)를 측정하였다. 형성된 박막은 핀 홀(pin hole)이 없고 균일하였으며, 기판에 대한 접착성이 매우 우수하였다. 각각 시료의 UV 및 PL 스펙트럼의 측정 결과를 도 7, 11, 및 15에 나타내었다.

도 7에 나타난 바와 같이, 테트라알콕시-PPV의 경우, UV 최대 흡수 피크는 446㎚이었고, 여기파장을 446㎚로 하여 측정한 PL 스펙트럼에서의 PL 최대 피크는 506㎚이었으며, shoulder가 541㎚에서 측정되었다.

도 11에 나타난 바와 같이, Tetraalkoxy-co-OC1OC10-PPV(10:1)의 경우 UV 최대 흡수 피크는 451㎚이었고, 여기파장을 451㎚로 하여 측정한 PL 스펙트럼에서의 PL 최대 피크는 581㎚이었다. 또한, Tetraalkoxy-co-OC1OC10-PPV(1:1)의 경우 UV 최대 흡수 피크는 486㎚이었고, 여기파장을 486㎚로 하여 측정한 PL 스펙트럼에서의 PL 최대 피크는 588㎚이었다.

도 15에 나타난 바와 같이, 트리메톡시알킬-PPV의 경우에는 UV 최대 흡수 피크는 399㎚이었고, 여기파장을 399㎚로 하여 측정한 PL 스펙트럼에서의 PL 최대 피크는 493㎚이었으며, shoulder가 527㎚에서 측정되었다. 또한, 공중합체인 Trimethoxyalkyl-co-OC1OC10-PPV(1:1)의 경우 UV 최대 흡수 피크는 475㎚이었고, 여기파장을 475㎚로 하여 측정한 PL 스펙트럼에서의 PL 최대 피크는 585㎚이었다.

실시예 13 : 전기적 특성평가

실시예 7, 8 및 9에서 제조된 발광 고분자를 이용하여 제작된 EL device로부터 전기발광 특성을 평가하여 도 8 10, 12 14 및 도 16 18에 나타내었다. 제작된 ITO/PEDOT/고분자/Ca/Al 구조의 단층형 EL소자들은 모두 전형적인 정류 다이오드(rectifying diode) 특성을 보였다. Tetraalkoxy-PPV의 경우 구동전압(turn-on voltage)은 도 10에서 보듯이 약 2.9 V에서 시작되었으며, 최대휘도는 28900 cd/m^2 이며 소자의 최대효율은 0.58 lm/W 이었다. Trialkoxyalkyl-PPV의 경우는 구동전압은 도 18에서 알 수 있듯이 약 6.3 V에서 시작되었으며, 최대휘도는 8600 cd/m^2 이며 소자의 최대효율은 0.77 lm/W 이었다.

또한, 실시예 8에 의하여 제조되는 공중합체인 Tetraalkoxy-co-OC1C10-PPV(10:1)의 경우 구동전압은 약 3.6 V에서 시작되었으며, 최대휘도는 12500 cd/m^2 이며 소자의 최대효율은 1.22 lm/W이었다. 상기 공중합체 내의 단량체 비율에 변화를 가하여 제조된 공중합체인 Tetraalkoxy-co-OC1C10-PPV(1:1)의 경우 구동전압은 약 2.3 V에서 시작되었으며, 최대휘도는 24400 cd/m^2 이며 소자의 최대효율은 0.53 lm/W이었다. 실시예 10에 의하여 제조되는 공중합체인 Trialkoxyalkyl-co-OC1C10-PPV(1:1)의 경우 구동전압은 약 2.6 V에서 시작되었으며, 최대휘도는 12570 cd/m^2 이며 소자의 최대효율은 1.10 lm/W이었다. 제작된 EL 소자들은 수 차례 반복구동 후에도 초기의 전압-전류밀도 특성을 그대로 유지하는 안정성을 보였다.

발명의 효과

본 발명의 전기발광 고분자는 기존의 발광고분자인 폴리(p-페닐렌비닐렌기)(PPV)를 주쇄로 하여, 4개의 치환체를 주쇄에 도입함으로써 유기용매에 대한 용해성이 우수하고, 고순도, 고휘도의 녹색발광, 전극과의 계면특성 및 박막 형성능력이 우수하고, 또한 상기 전기발광 고분자와 OC1C10-PPV를 공중합하여 합성된 공중합 전기발광 고분자는 녹색 및 오렌지색 사이의 칼라 튜닝이 뛰어나고, 우수한 디스플레이 특성을 갖는다.

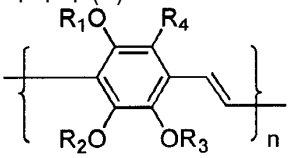
본 발명의 단순한 변형 내지 변경은 모두 본 발명의 영역에 속하는 것으로 본 발명의 구체적인 보호범위는 첨부된 특허청구범위에 의하여 명확해질 것이다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

폴리(p-페닐렌비닐렌)(PPV)을 주쇄로 하고, 페닐렌 링에 4개의 치환체가 도입되는 하기 화학식(1)으로 표시되는 것을 특징으로 하는 고기능성 전기발광고분자:

화학식 (1)

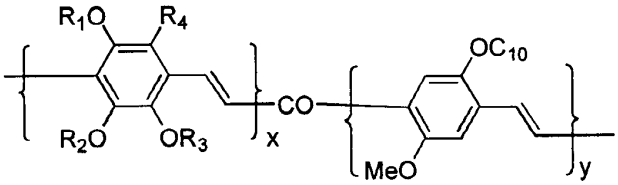


상기식에서 R_1, R_2, 및 R_3는 각각 독립적으로 C_1 $_{15}$인 긴 사슬의 알킬 또는 가지난 알킬이고, R_4는 C_1 $_{15}$인 긴 사슬의 알킬, 가지난 알킬, 또는 C_1 $_{15}$인 긴 사슬의 알콕시 또는 가지난 알콕시임.

청구항 2.

제1항의 전기발광 고분자 단량체 및 OC1C10-PPV의 단량체를 공중합시켜 제조되며, 하기 화학식(2)으로 표시되는 것을 특징으로 하는 고기능성 전기발광 고분자:

화학식 (2)



상기식에서 R_1, R_2, 및 R_3는 각각 독립적으로 C_1 $_{15}$인 긴 사슬의 알킬 또는 가지난 알킬이고, R_4는 C_1 $_{15}$인 긴 사슬의 알킬, 가지난 알킬, 또는 C_1 $_{15}$인 긴 사슬의 알콕시 또는 가지난 알콕시이고, 그리고 x는 0.1 0.9이고 y는 0.9 0.1임.

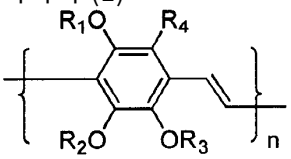
청구항 3.

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 전기발광 고분자의 수평균분자량이 10,000 1,000,000이고, 분자량 분포가 1.5 5.0인 것을 특징으로 하는 고기능성 전기발광 고분자.

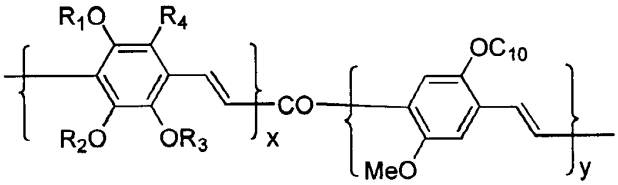
청구항 4.

양극/발광층/음극, 양극/버퍼층(buffer layer)/발광층/음극, 양극/버퍼층(buffer layer)/정공전달층/발광층/음극, 양극/버퍼층(buffer layer)/정공전달층/발광층/전자전달층/음극, 및 양극/버퍼층(buffer layer)/정공전달층/발광층/정공차단층/음극으로 이루어진 군으로부터 선택되고, 상기 발광층이 폴리(p-페닐렌비닐렌)(PPV)을 주쇄로 하고, 페닐렌 링에 4개의 치환체가 도입되는 하기 화학식(1)으로 표시되는 전기발광 고분자 또는 상기 전기발광 고분자 단량체 및 OC1C10-PPV의 단량체를 공중합시켜 제조되며, 하기 화학식(2)으로 표시되는 전기발광 고분자로 이루어지는 것을 특징으로 하는 유기 전기발광 고분자 다이오드:

화학식 (1)



화학식 (2)



상기식에서 R_1, R_2, 및 R_3는 각각 독립적으로 C_1 $_{15}$인 긴 사슬의 알킬 또는 가지난 알킬이고, R_4는 C_1 $_{15}$인 긴 사슬의 알킬, 가지난 알킬, 또는 C_1 $_{15}$인 긴 사슬의 알콕시 또는 가지난 알콕시이고, 그리고 x는 0.1 0.9이고 y는 0.9 0.1임.

청구항 5.

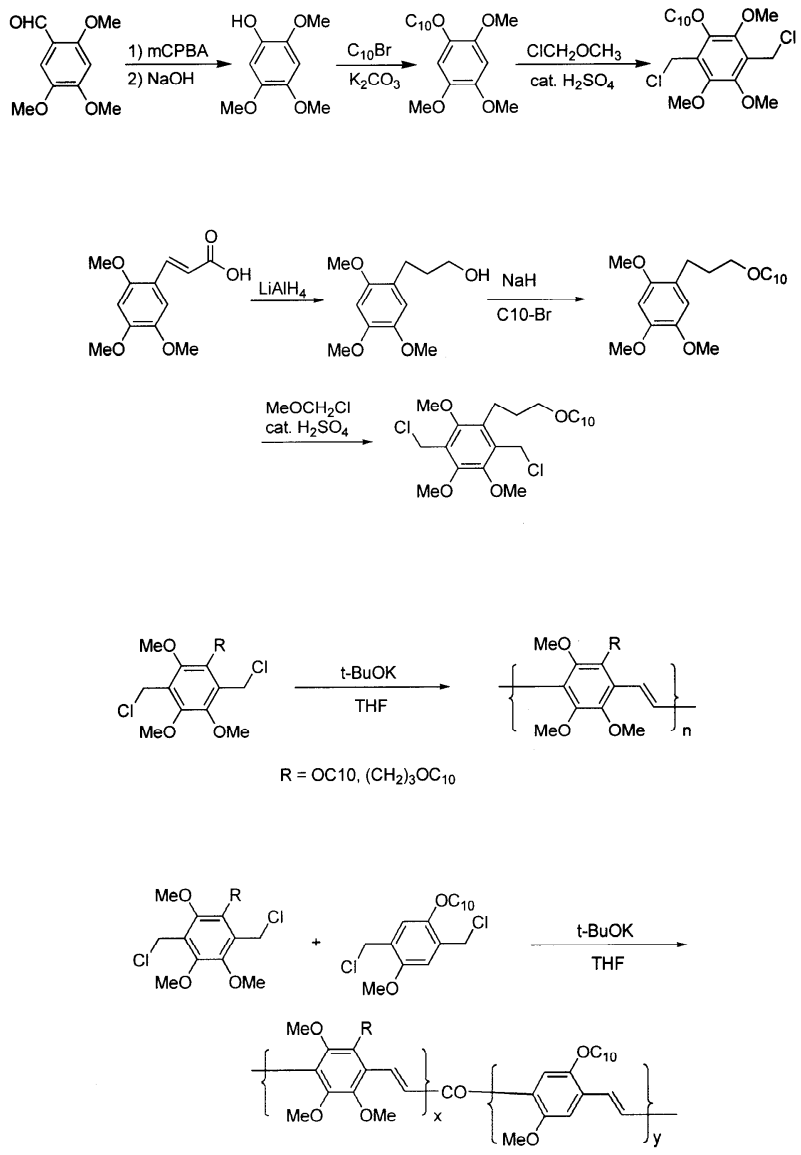
제4항에 있어서, 상기 버퍼층이 폴리티오펜(polythiophene), 폴리아닐린(polyaniline), 폴리아세틸렌(polyacetylene), 폴리피롤(polypyrrole), 및 폴리 페닐렌비닐렌 유도체로 이루어지는 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 유기 전기발광 고분자 다이오드.

청구항 6.

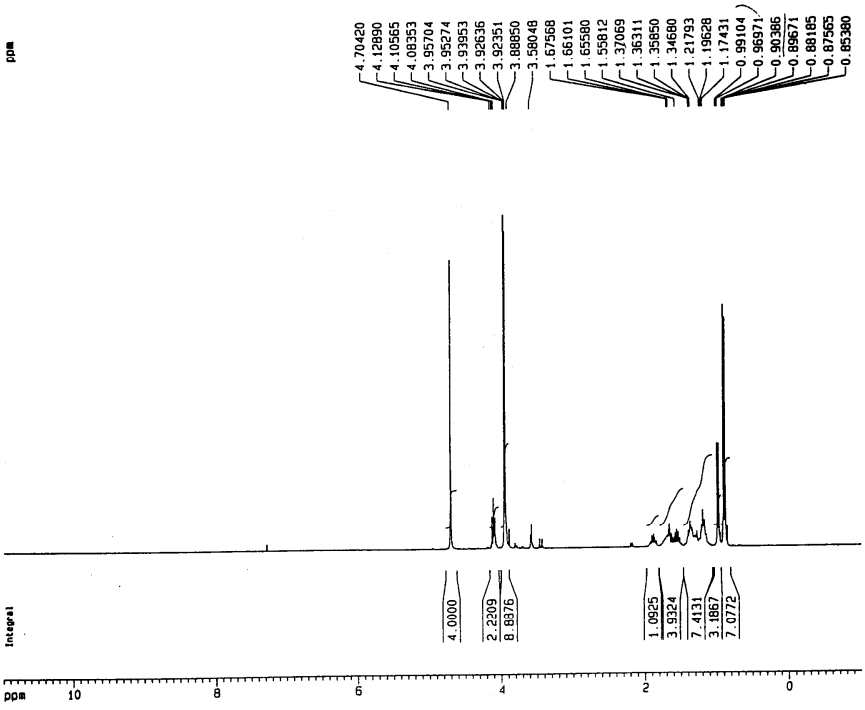
제4항에 있어서, 상기 정공차단층이 LiF 또는 MgF_2인 것을 특징으로 하는 유기 전기발광 고분자 다이오드.

도면

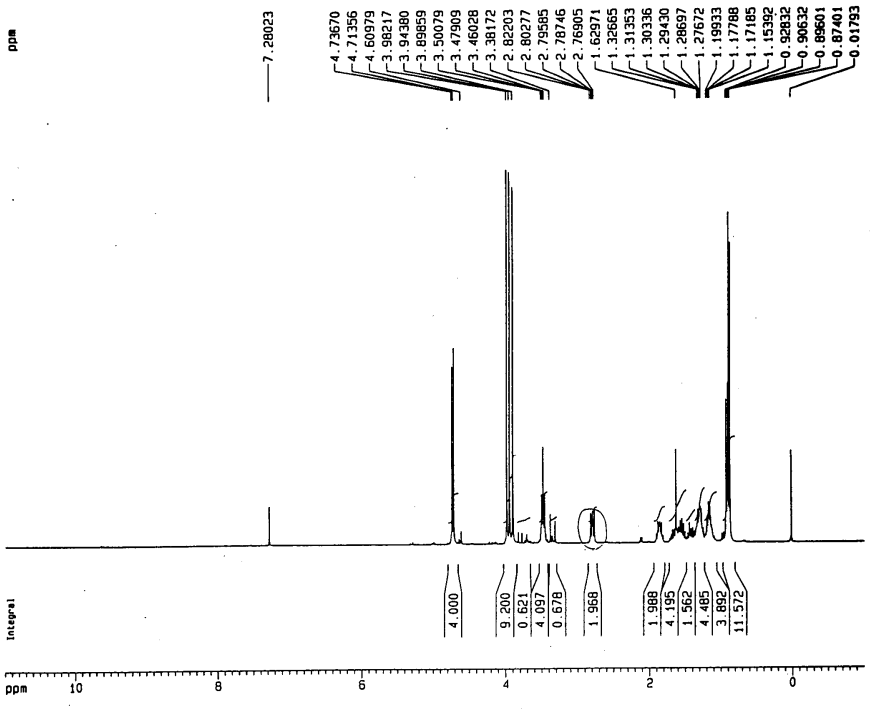
도면1


OHC
OMe
MeO
OMe
1) mCPBA
2) NaOH
HO
OMe
MeO
OMe
C10Br
K2CO3
C10O
OMe
MeO
OMe
ClCH2OCH3
cat. H2SO4
C10O
OMe
Cl
Cl
MeO
OMe
O
OH
MeO
OMe
LiAlH4
OH
NaH
C10-Br
OC10
MeOCH2Cl
cat. H2SO4
R
t-BuOK
THF
n
R = OC10, (CH2)3OC10
x
CO
y

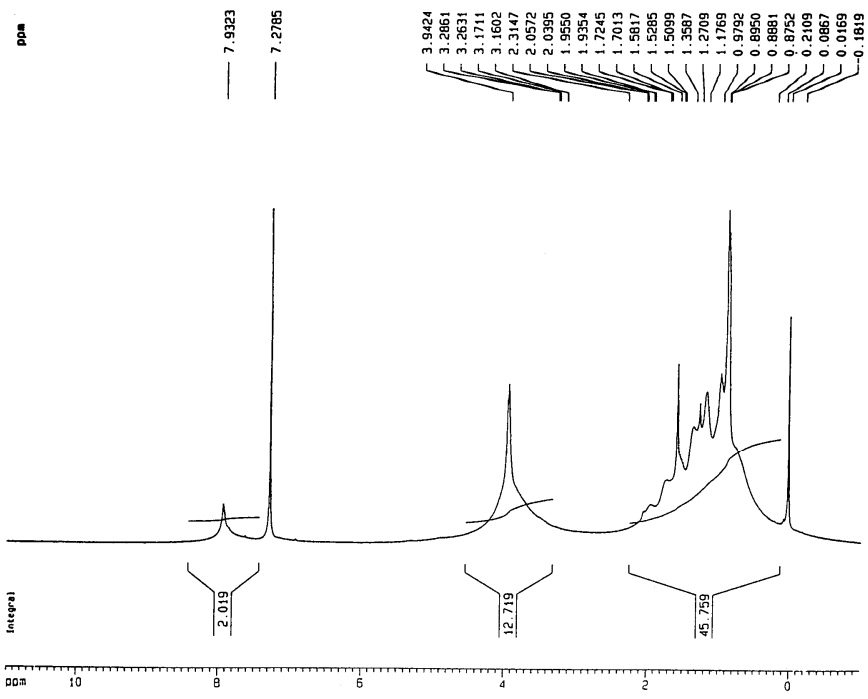
도면2


ppm
4.70420
4.12890
4.10565
4.08353
3.95704
3.95274
3.93953
3.92636
3.92351
3.88850
3.58048
1.67568
1.66101
1.65580
1.55812
1.37069
1.36311
1.35850
1.34680
1.21793
1.19628
1.17431
0.99104
0.96971
0.90386
0.89671
0.88185
0.87565
0.85380
Integral
4.0000
2.2209
8.8876
1.0925
3.9324
7.4131
3.1867
7.0772
ppm
10
8
6
4
2
0

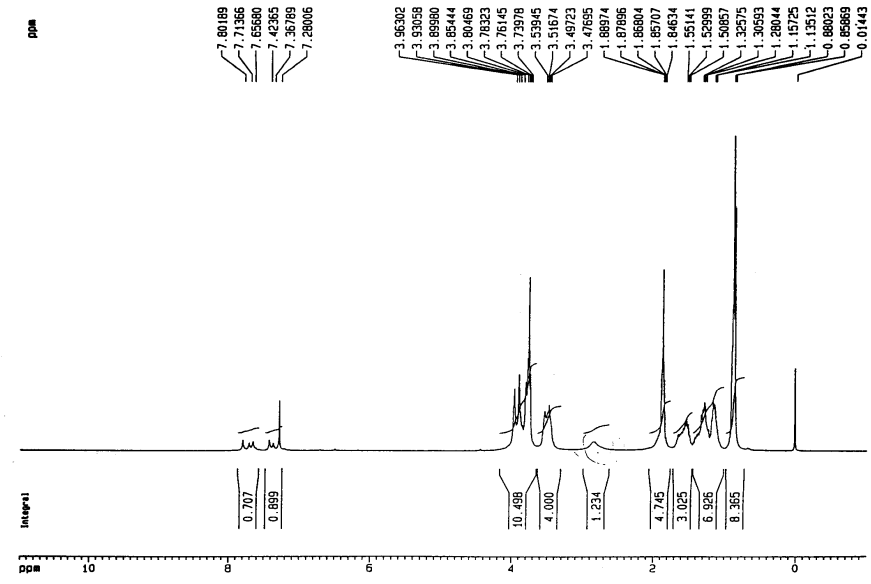
도면3


ppm
7.28023
4.73670
4.71356
4.60979
3.98217
3.94380
3.89859
3.50079
3.47909
3.46028
3.38172
2.82203
2.80277
2.79585
2.78746
2.76905
1.62971
1.32665
1.31353
1.30336
1.29430
1.28697
1.27672
1.19933
1.17788
1.17185
1.15392
0.92832
0.90632
0.89601
0.87401
0.01793
Integral
4.000
9.200
0.621
4.097
0.678
1.968
1.988
4.195
1.562
4.485
3.892
11.572
ppm
10
8
6
4
2
0

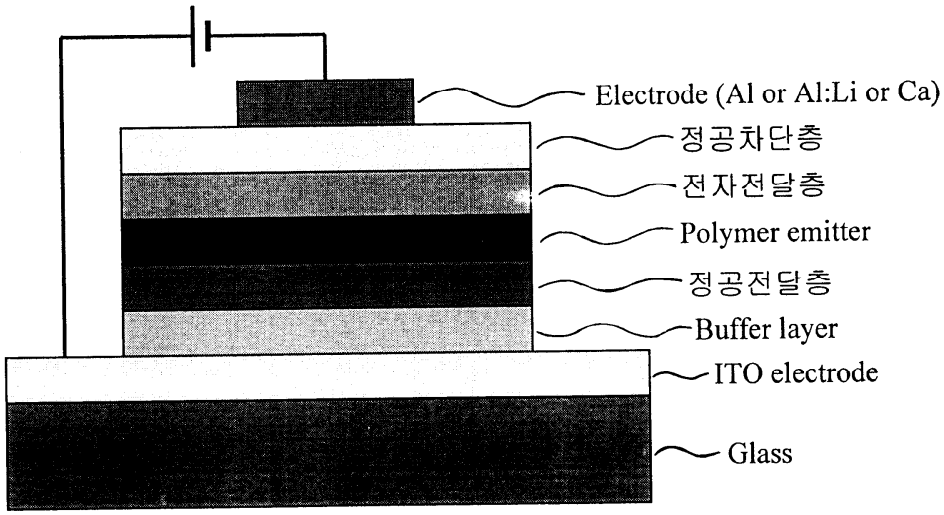
도면4


ppm
7.9323
7.2785
3.9424
3.2861
3.2631
3.1711
3.1602
2.3147
2.0572
2.0395
1.9550
1.9354
1.7245
1.7013
1.5817
1.5285
1.5099
1.3587
1.2709
1.1769
0.9792
0.8950
0.8881
0.8752
0.2109
0.0867
0.0169
-0.1819
Integral
2.019
12.719
45.759
ppm
10
8
6
4
2
0

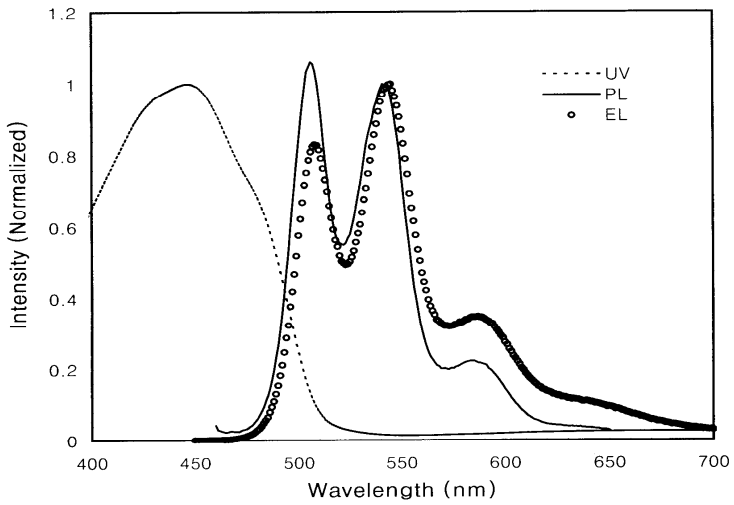
도면5


ppm
7.80189
7.71366
7.65680
7.42365
7.36789
7.28006
3.96302
3.93058
3.89980
3.85444
3.80469
3.78323
3.76145
3.73978
3.53945
3.51674
3.49723
3.47695
1.88974
1.87896
1.86804
1.85707
1.84634
1.55141
1.52999
1.50857
1.32575
1.30593
1.28044
1.15725
1.13512
0.88023
0.85869
-0.01443
Integral
0.707
0.899
10.498
4.000
1.234
4.745
3.025
6.926
8.365
ppm
10
8
6
4
2
0

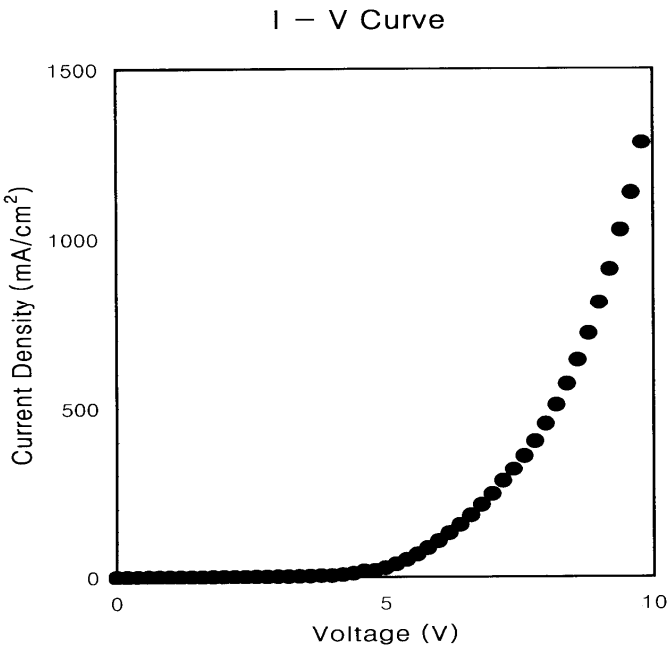
도면6


Electrode (Al or Al:Li or Ca)
정공차단층
전자전달층
Polymer emitter
정공전달층
Buffer layer
ITO electrode
Glass

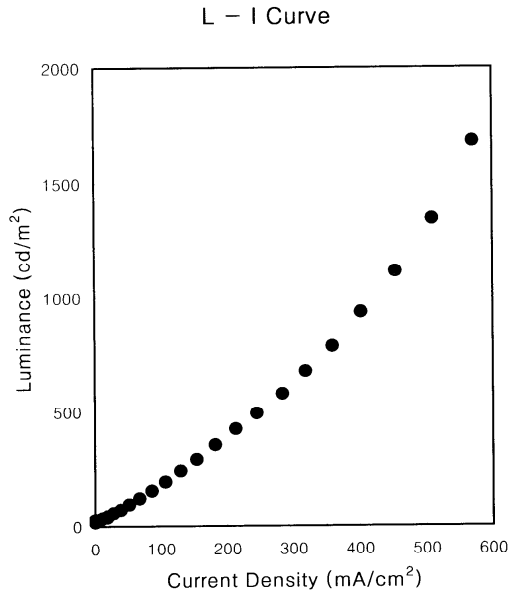
도면7


Intensity (Normalized)
Wavelength (nm)
UV
PL
EL
1.2
1
0.8
0.6
0.4
0.2
0
400
450
500
550
600
650
700

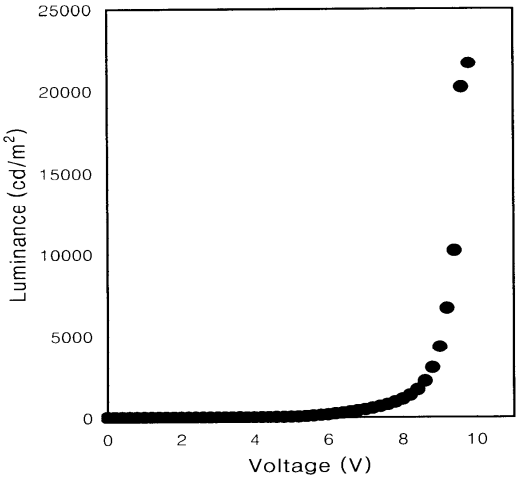
도면8


I – V Curve
Current Density (mA/cm²)
Voltage (V)
1500
1000
500
0
0
5
10

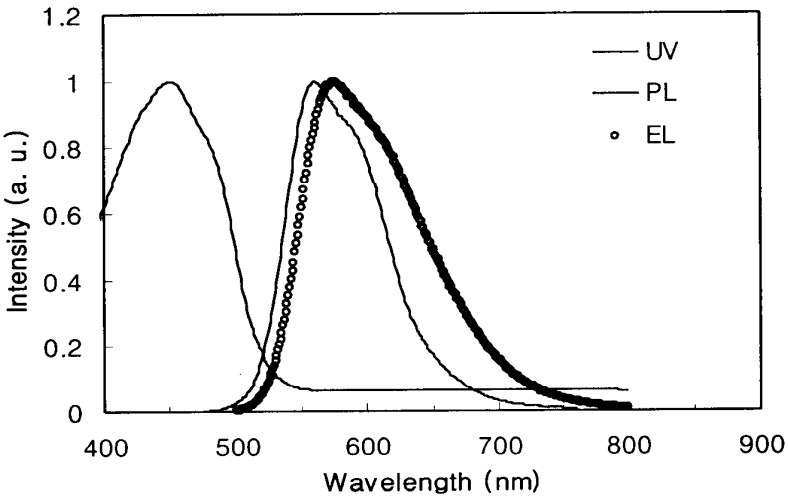
도면9


L – I Curve
Luminance (cd/m²)
2000
1500
1000
500
0
0
100
200
300
400
500
600
Current Density (mA/cm²)

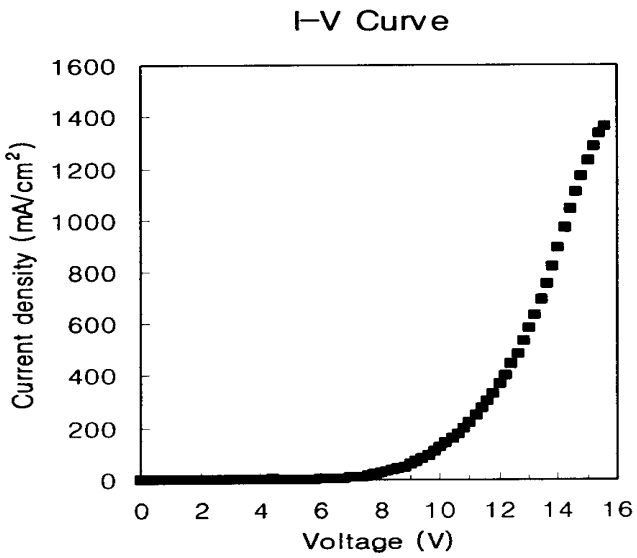
도면10


L – V Curve
Luminance (cd/m²)
25000
20000
15000
10000
5000
0
0
2
4
6
8
10
Voltage (V)

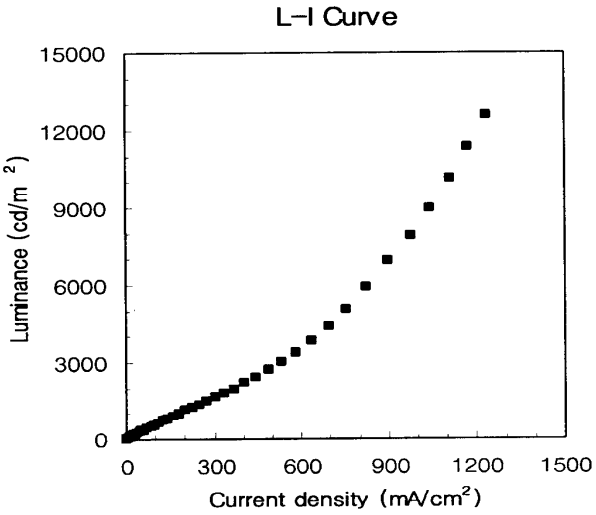
도면11



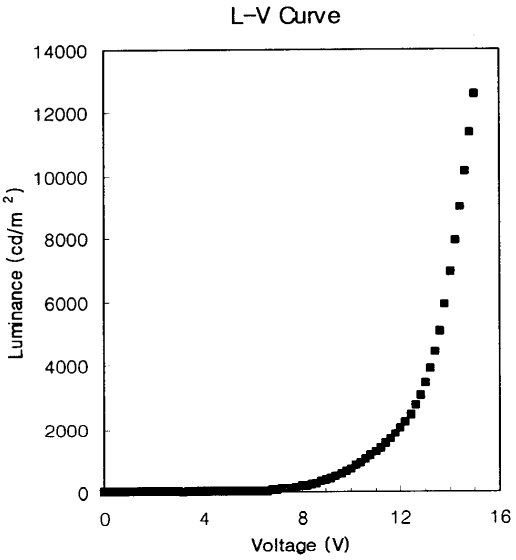
도면12



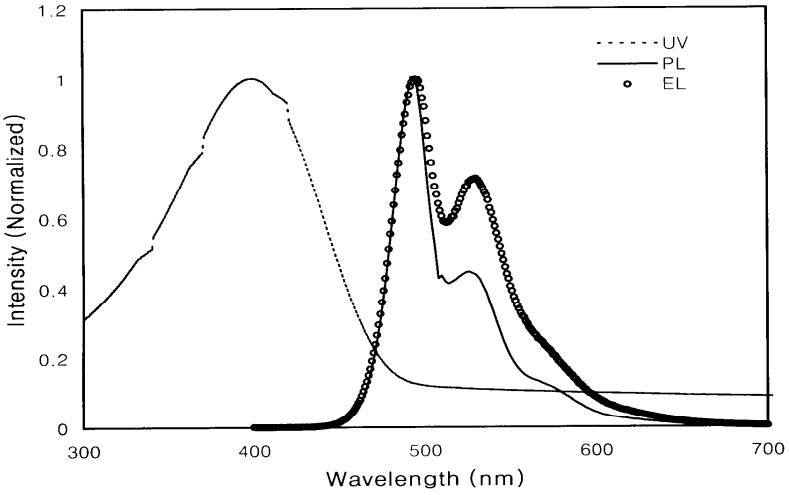
도면13



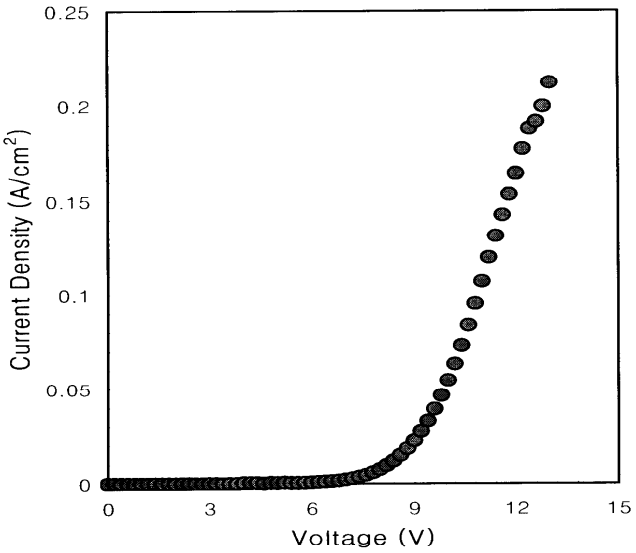
도면14


L-V Curve
Luminance (cd/m 2)
14000
12000
10000
8000
6000
4000
2000
0
0
4
8
12
16
Voltage (V)

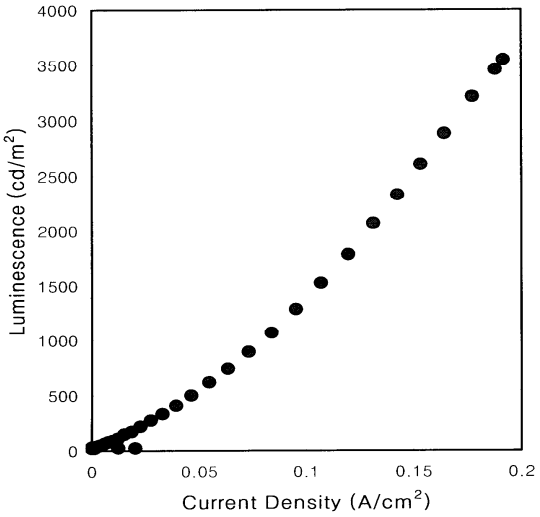
도면15


Intensity (Normalized)
1.2
1
0.8
0.6
0.4
0.2
0
300
400
500
600
700
Wavelength (nm)
UV
PL
EL

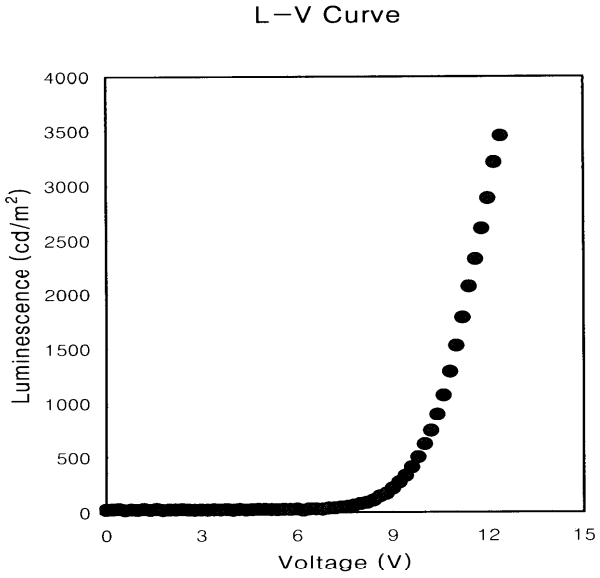
도면16


I-V Curve
Current Density (A/cm2)
0.25
0.2
0.15
0.1
0.05
0
0
3
6
9
12
15
Voltage (V)

도면17


L-I Curve
Luminescence (cd/m2)
4000
3500
3000
2500
2000
1500
1000
500
0
0
0.05
0.1
0.15
0.2
Current Density (A/cm2)

도면18


L-V Curve
Luminescence (cd/m2)
4000
3500
3000
2500
2000
1500
1000
500
0
0
3
6
9
12
15
Voltage (V)

专利名称(译)	一种高官能度电致发光聚合物，包含具有四个取代基的亚苯基		
公开(公告)号	KR100394509B1	公开(公告)日	2003-08-09
申请号	KR1020000003929	申请日	2000-01-27
申请(专利权)人(译)	三星SD眼有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	三星SD眼有限公司		
[标]发明人	KEE INSEO 기인서 LEE JIHOON 이지훈		
发明人	기인서 이지훈		
IPC分类号	C09K11/06		
CPC分类号	C09K11/06 C09K2211/1425 H01L51/0038 H01L51/0043 H01L51/50 H05B33/14 Y10S428/917		
代理人(译)	CHOI，DUK KYU		
其他公开文献	KR1020010076654A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

根据本发明高功能电致发光聚合物是聚（对 - 亚苯基亚乙烯基）（PPV）作为主链，和长链（长链）的脂族烷基或烷氧基的四个取代基包括至少一个亚苯基环中并且由下面的公式（1）表示：“（1）”通式（1）其中R 1，R 2和R 3各自独立地为具有1-20个碳原子的长链烷基或支链烷基，R 4为长链烷基， Lt; RTI = 0.0>烷氧基。 此外，为了通过同时调整电发光聚合物OC1C10-PPV单体的比例和单体可以容易地制造电致发光聚合物表示由式（2）共聚合在两个颜色调节：式（2） 其中R 1，R 2和R 3各自独立地为具有1-20个碳原子的长链烷基或支链烷基，R 4为长链烷基，至20，x为0.1至0.9，y为0.9至0.1。 引入的四个取代基的PPV发光聚合物在普通有机溶剂中的缺陷（缺陷）可溶性不是，并能形成良好的薄膜，大约由单层装置产生的结果元件的驱动电压（电压）为3V是并且在504nm附近可以呈现蓝绿色。在与OC1OC10共聚的情况下，可以根据聚合物的比例进行颜色调整，发光器件的驱动电压为2.3 V，最大发光亮度约为23,000 cd / m 2，最大发光效率为1.22 lm / W. 1