



FH MÜNSTER
University of Applied Sciences

CIW

Fachbereich Chemieingenieurwesen
Department of Chemical Engineering

OLED Herstellung:

**Elektrolumineszenz mit
Polyvinylkarbazid (PVK) als Lochleiter**

Versuchsdurchführung:

In diesem Praktikumsversuch sollen zwei unterschiedliche OLEDs hergestellt werden. Die hierfür benötigten Komponenten (Leuchtstoffe, Substrat und Lochleiter) müssen synthetisiert und anschließend mittels verschiedener Verfahren vereinigt werden.

1. Aluminium-tris(8-hydroxychinolin) (Alq3) (Tag 1)

a) Herstellung der benötigten Lösungen

- 1 % PVK in 10 ml Chlorbenzol. Die Lösung muss über ein 2 μm Filterpapier filtriert werden.
- Ammoniumacetatlösung 2 mol/l
- Fällungsreagenz: 2,5 g 8-Hydroxychinolin werden in 6 ml konz. Essigsäure gelöst und mit dest. Wasser auf 50 ml aufgefüllt.

b) Herstellung des Komplexes

Es werden 1,853 mmol $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ in einem 400 ml Becherglas gelöst und auf 200 ml verdünnt. Danach säuert man mit 4 ml konz. Essigsäure an und erwärmt auf 70 °C. Jetzt versetzt man die Probelösung mit 30 ml des zuvor hergestellten Fällungsmittels und gibt so viel Ammoniumacetatlösung hinzu, bis ein bleibender gelb-grüner Niederschlag entsteht. Danach werden weitere 20 ml Ammoniumacetatlösung zugesetzt. Man wartet eine Stunde und prüft durch Zugabe von einigen Tropfen Fällungsmittel auf Vollständigkeit der Fällung. Der entstandene Komplex wird abgesaugt und mit H_2O gewaschen. Die Trocknung des Niederschlags erfolgt bei 120 °C (ggf. über Nacht).

2. Herstellung $\text{Eu}(\text{ttfa})_3\text{phen}$ (Syntheseweg 1) (1,10-Phenanthrolin)-tris(2-thenoyltrifluoroacetato)europium

a) Herstellung von $\text{Eu}(\text{ttfa})_3$ (Tag 1)

Für die Herstellung von 0,8 g Produkt wird eine stöchiometrische Menge Thenoyltrifluoroacetylaceton in 50 ml Ethanol/ H_2O (90/10) gelöst und mit dem entsprechenden Volumen einer Eu^{3+} -Lösung versetzt. Der pH-Wert wird mit verdünntem Ammoniak auf 8 bis 9 eingestellt. Durch vorsichtiges Eindampfen bis zur Trockne am Rotationsverdampfer erhält man das $\text{Eu}(\text{ttfa})_3$.

Dieses wird in 50 ml tert. Butylmethylether gelöst, und zweimal im Scheidetrichter mit 25 ml H_2O extrahiert. Durch Zugabe von MgSO_4 als Trockenmittel werden die Wasserreste entfernt. Nach 30 Minuten wird das MgSO_4 abfiltriert und das Filtrat wird am Rotationsverdampfer eingedampft, wodurch das Endprodukt ausfällt. Anschließend wird der Leuchtstoff im Trockenschrank bei 50 °C getrocknet (ggf. über Nacht).

b) Herstellung von $\text{Eu}(\text{ttfa})_3\text{phen}$ (Tag 2)

Der Komplex ($\text{Eu}(\text{ttfa})_3$) wird in Ethanol gelöst und Phenanthrolin wird im Molverhältnis 1 zu 1 zugegeben. Durch Eindampfen (Rotationsverdampfer) und Trocknen (50 °C) kann das $\text{Eu}(\text{ttfa})_3\text{phen}$ isoliert werden.

Das Produkt wird durch Umkristallisation in Toluol gereinigt.

3. Herstellung Eu(tffa)₃phen (Syntheseweg 2) (Tag 1-3) **(1,10-Phenanthrolin)-tris(2-thenoyltrifluoroacetato)europium**

Zuerst werden 2 mmol EuCl₃·6H₂O in 25 ml dest. H₂O gelöst und in einen Tropftrichter überführt. Anschließend werden 6 mmol Thenoyltrifluoroacetone und 2 mmol Phenanthrolin in ca. 50 ml Ethanol gelöst und mit 1 molarer NH₃-Lösung auf einen pH-Wert zwischen 8 und 9 eingestellt. Unter kontinuierlichem Rühren wird die EuCl₃-Lösung langsam zur Liganden-Lösung getropft, es sollte sich ein gelblicher Niederschlag bilden. Nach Beendigung der Fällung, wird die entstandene Suspension über Nacht gerührt.

Am nächsten Tag wird der Niederschlag abgesaugt und bei 60 °C im Vakuumtrockenschrank getrocknet.

Die Aufreinigung des Produktes erfolgt durch Umkristallisation in Wasser. Dazu wird dieses in wenig Aceton (ca. 30 ml) in der Wärme gelöst und langsam und unter Rühren in Wasser getropft. Die entstandene Suspension wird 30 Minuten gerührt, anschließend filtriert, mit kaltem Wasser gewaschen und bei 60 °C getrocknet (ggf. über Nacht).

4. Vorbereitung des mit Indium-Zinnoxid (ITO) beschichteten Glassubstrates (Tag 2)

a) Reinigung ITO-Glas (Substrat):

1. Reinigung mit Microfasertuch und Ethanol
2. Das Glas in ein Becherglas stellen und mit Methanol bedecken. Das Becherglas mit einem Uhrglas abdecken und 10 Minuten im Ultraschallbad behandeln.

b) Ätzen:

Das gereinigte und trockene Substrat wird mit Fotolack besprüht und anschließend im dunkeln getrocknet (5 Minuten an Luft, 15 Minuten im Trockenschrank bei 70 °C).

Das getrocknete Substrat wird mit der Maske abgedeckt und mit einer 366 nm UV- Lampe für 5 Minuten bestrahlt.

Um den Fotolack zu entfernen wird das belichtete Substrat in ein Becherglas mit 0,7%iger NaOH eingetaucht und dort für etwa zwei Minuten behandelt, anschließend wird es mit dest. Wasser abgespült.

Um die ITO-Schicht an den nun freiliegenden Stellen zu entfernen, wird das abgespülte Substrat in ein Becherglas mit 60 °C heißer, halbkonz. HCl gestellt und für etwa zwei Minuten behandelt. Die Säure wird dann mit dest. H₂O gründlich abgewaschen und das Substrat mit Zellstoff getrocknet. Der restliche Fotolack wird sorgfältig mit Aceton entfernt. Anschließend wird mit dem Leitfähigkeitsmessgerät die erfolgreiche Ätzung überprüft.

c) Dünnschichtaufbringung mittels „spincoating“

Das vorher geätzte Substrat wird vorsichtig mittig auf die Spincoaterscheibe aufgelegt und der Deckel geschlossen.

Ca. 1 ml der PVK Lösung wird mit einer Pasteurpipette mittig aufgetragen.

Die Zentrifuge wird gestartet (300 U/min, 2 Minuten).

Nach Ablauf des Programms das Substrat vorsichtig abheben.

Die Unterseite wird evtl. mit Zellstoff und Toluol von PVK Resten gereinigt.

Um die Homogenität der Beschichtung zu testen, kann die UV-Lampe genutzt werden.

5. Beschichtung mit der Hochvakuumaufdampfanlage (Tag 3 + 4)

a) Leuchtstoffe:

Dicke 10 – 200 nm (je nach Rezeptur)

Maske auflegen und Substrat im Target befestigen.

Probe mit gleicher Menge an Quarzsand mischen und in Schiffchen füllen.

Anschließend wird der Leuchtstoff im Hochvakuum aufgedampft. (ca. $1,5 - 2,5 \cdot 10^{-5}$ mbar)

b) Al-Elektrode:

Dicke ca. 200 – 300 nm

Maske auflegen und im Target befestigen.

Schiffchen mit Al-Drahtstücken ($L_{\text{gesamt}} = 15$ cm, $L_{\text{Drahtstücke}} < 2$ mm) befüllen.

Danach wird im Hochvakuum das Al aufgedampft. (ca. $1,5 - 2,5 \cdot 10^{-5}$ mbar)

6. Herzustellende OLEDs:

- ITO| 1 % PVK Lsg.| 30 nm Alq₃| 200 nm Al
- ITO| 1 % PVK Lsg.| 10 nm Eu(tffa)₃phen| 15 – 20 nm Alq₃| 200 nm Al

7. Elektrische Prüfung der OLED

Anschluss an das Netzteil:

Plus = ITO-Elektrode

Minus = Al-Elektrode

Spannung: 5 – 25 V

