



OLED Herstellung:

Elektrolumineszenz mit PVK / TPD als
Lochleiter

Versuchsdurchführung:

Es sollen mehrere unterschiedliche OLED`s hergestellt werden. Die Rezeptur ist beim Laborpersonal zu erfragen!

1.a) Herstellung PVK / TPD Stammlösung

1% PVK in 10ml Chlorbenzol. Die Lösung muß über ein Blaubandfilter filtriert werden.

1% TPD in 10ml Toluol. Die Lösung muß über ein Blaubandfilter filtriert werden.

b) Herstellung Al-Oxinat

Es werden 50mg Al^{3+} in einem 400 ml Becherglas gelöst und auf ca. 200 ml verdünnt. Danach säuert man mit 4 ml konz. Essigsäure an und erwärmt auf ca. 70 Grad Celsius. Jetzt versetzt man die Probelösung mit 30 ml des zuvor hergestellten Fällungsmittels und gibt soviel einer ca. 2 mol/l Ammoniumacetatlösung hinzu bis ein bleibender Niederschlag entsteht. Danach werden weitere 20 ml Ammoniumacetatlösung zugesetzt. Man wartet ca. eine Stunde und prüft durch Zugabe von einigen Tropfen Fällungsmittel auf Vollständigkeit der Fällung. Die Lösung wird dann über einen Blaubandfilter filtriert und der Niederschlag mit dest. Wasser aufgewirbelt und gewaschen. Die Trocknung des Niederschlags erfolgt bei $120^{\circ}C$.

Fällungsreagenz: 2.5 g 8-Hydroxichinolin werden in 6 ml konz. Essigsäure gelöst und mit dest. Wasser auf 50 ml aufgefüllt.

b) Herstellung $Eu(tfa)_3phen$

Es werden äquivalente Mengen einer 0.5 mol/l $EuCl_3$ Lösung und Thenyltrifluoracetylaceton in ca. 50ml Ethanol / H_2O (90:10%) gelöst. (4.4 ml 0.5 mol/l $EuCl_3$ und 1.466g tfa ergeben 0.8g Ausbeute) Der pH-Wert wird mit verdünntem Ammoniak auf 8-9 eingestellt. Durch vorsichtiges Eindampfen bis zur Trockene am Rotationsverdampfers erhält man das $Eu(tfa)_3$. Das $Eu(tfa)_3$ wird in ca. 50 ml Diethylether gelöst, und zweimal im Scheidetrichter mit 25 ml H_2O extrahiert. Durch Zugabe von $MgSO_4$ als Trockenmittel (ca. 30 Min. warten!) werden die Wasserreste entfernt. Das $MgSO_4$ wird abfiltriert und durch Eindampfen am Rotationsverdampfers fällt das Endprodukt wieder aus. Im Trockenschrank bei ca. $50^{\circ}C$ wird der Leuchtstoff getrocknet.

Durch Zugabe von Phenanthrolin werden die lumineszierenden Eigenschaften noch verbessert. Dazu wird der Komplex in Ethanol gelöst, und das Phenanthrolin im Molverhältnis 1:1 dazugegeben. Durch Eindampfen und Trocknen kann das $Eu(tfa)_3phen$ isoliert werden.

2. Vorbereitung des Substrat - Glasträgers

Ätzen:

Der ITO - Glasträger wird mit Fotolack besprüht(Trocknung 5 Min. an der Luft, 15 Min. im Trockenschrank bei 70°C). Die Belichtung erfolgt nach Auflegen der Maske mit der 360nm UV- Lichtplatte für 5 Minuten. Mit 0.7%iger NaOH werden die belichteten Bereiche abgeätzt und mit H₂O gespült. Danach werden im Becherglas mit 60°C heißer, halbkonz. HCl die belichteten ITO-Bereiche abgeätzt (2 Minuten Dauer). Die HCl wird mit dest. H₂O gründlich abgewaschen und der ITO- Glasträger mit Zellstoff getrocknet. Der restliche Fotolack wird sorgfältig mit Aceton entfernt.

Anschließend wird visuell (Mikroskop) und mit dem Leitfähigkeitsmeßgerät die erfolgreiche Abätzung überprüft.

Reinigung ITO:

Reinigung mit Microfasertuch und Ethanol

3. Dünnschichtaufbringung mit dem Spincoater

Der gereinigte ITO wird vorsichtig auf die Spincoaterscheibe mittig aufgelegt. Es werden ITO's nach den vorher festgelegten Methoden beschichtet.

Beispiel:

Schicht : 1% PVK in Chlorbenzol, 2000 U/Min., 2 Minuten schleudern

ITO auflegen, und Spincoater starten. Ca. 0.5 ml Lsg. mit einer Pasteurpipette mittig aufgeben. Nach Ablauf des Programms den ITO vorsichtig abheben. Die Unterseite wird evtl. mit Zellstoff und Toluol von PVK Resten gereinigt.

Auf der UV Platte wird die Gleichmäßigkeit der Schicht geprüft. Analog hierzu sind alle Beschichtungen mit dem Spincoater durchzuführen!

4.a) Dünnschicht mit der Hochvakuumaufdampfanlage aufbringen

Beispiel Alq₃ oder Eu(ttfa)₃phen:

Dicke 10-30 nm je nach Rezeptur

Randmaske / Streifenmaske auflegen und Substrat im Target befestigen. Boot befüllen (evtl. mit Abdeckblech und Siedesteinchen CeO₂/SiO₂) und im Rezipienten befestigen

Danach wird im Hochvakuum das Alq₃ aufgedampft. (ca. $1.5 \cdot 10^{-5}$ mbar)

Beispiel TPD:

Dicke 50 nm

Randmaske / Streifenmaske auflegen und Substrat im Target befestigen. Boot befüllen direkt im Rezipienten. Danach wird im Hochvakuum das TPD aufgedampft. (ca. $1.5 \cdot 10^{-5}$ mbar)

Beispiel Al-Spiegel :

Spiegeldicke ca. 200- 300 nm

Maske auflegen und im Target befestigen. Boot mit Al-Drahtstücken befüllen. Danach wird im Hochvakuum das Al aufgedampft. (ca. $1.5 \cdot 2 \cdot 10^{-5}$ mbar)

Beispiel Ca :

Dicke ca. 10 nm

Maske auflegen und im Target befestigen. Boot mit Ca - Stücken befüllen. Danach wird im Hochvakuum das Ca aufgedampft. (ca. $1.5 \cdot 2 \cdot 10^{-5}$ mbar)

5. Elektrische Prüfung LED

Anschluß an das Netzteil mit Hilfe von Mini-Krokodilklemmen:

Plus = ITO

Minus = Al-Spiegel

Spannung : 5 - 25 Volt

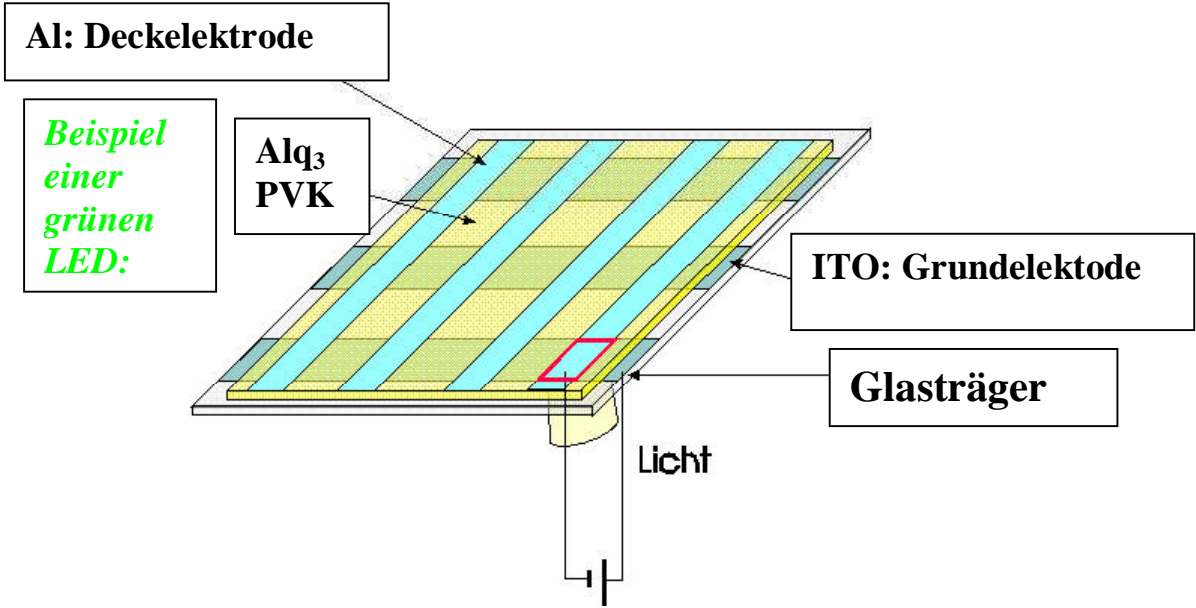
Im " leicht dunklen Raum" sollten jetzt Lichteffekte sichtbar sein. Die jeweiligen elektrischen Werte sind zu protokollieren.

6. Entsorgung der Abfälle:

Chlorbenzolhaltige Lösungen, wenn nicht mehr benötigt, in die vorhandenen Abfallflaschen geben. Der beschichtete ITO wird in Toluol angelöst und danach im Ultraschallbad (5-10 Min.) von seinen Schichten befreit und kann somit erneut für den Versuch verwendet werden.

8. Oled's Beispiele:

- ITO - 1% PVK Lsg. - 30nm Alq₃ - 200nm Al
- ITO - 1% PVK Lsg. - 30nm Alq₃ - 20nm Ca - 200nm Al
- ITO - 1% TPD Lsg. - <10nm Eu(tffa)₃phen – 5nm Pbd - 15-20nm Alq₃ - 200nm Al
- ITO - 1% TPD Lsg. - 30nm Alq₃ - 200nm Al
- ITO - 30nm TPD - 30nm Alq₃ - 20nm Ca - 200nm Al
- ITO - 30nm TPD - <10nm Eu(tffa)₃phen - 15-20nm Alq₃ - 200nm Al



„Ein-Schichten“ Typ:

„Drei-Schichten“ Typ:

