



## [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200510081367.1

[43] 公开日 2005 年 11 月 16 日

[11] 公开号 CN 1696243A

[22] 申请日 2005.6.28

[21] 申请号 200510081367.1

[71] 申请人 友达光电股份有限公司

地址 台湾新竹市

[72] 发明人 吴珮琪

[74] 专利代理机构 北京市柳沈律师事务所

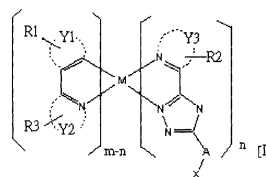
代理人 宋 莉 贾静环

权利要求书 4 页 说明书 19 页 附图 2 页

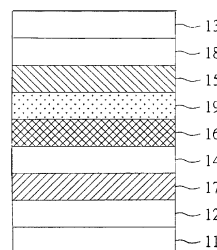
[54] 发明名称 发光材料及使用其的有机电激发光组件

[57] 摘要

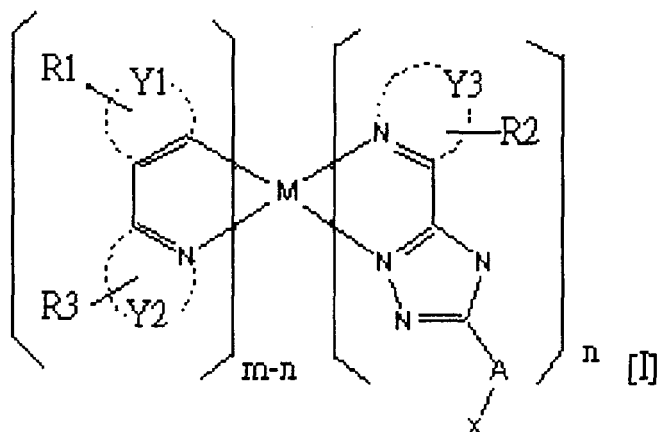
一种有机电激发光组件，包括一基板、一阳极、一阴极、一空穴传输层、一电子传输层及一发光层。阳极及阴极设置于基板上，空穴传输层设置于阳极及阴极之间，电子传输层设置于空穴传输层及阴极之间。发光层设置于空穴传输层及电子传输层之间，且发光层由一主发光体及一客发光体构成，客发光体以化学式 [I] 表示。其中，“M”为原子序数大于 40 的金属原子，m 为小于或等于“M”的配位体数目，n 为小于 m 的正整数。“Y1”选自芳基或杂芳基，“Y2”及“Y3”独立选自含氮杂环基。“X”、“R1”、“R2”及“R3”独立选自任何取代基或氢，“A”选自芳香基、杂芳基或含氮杂环基。



10



1. 一种发光材料，以化学式[I]表示：



5 其中，“M”为原子序数大于40的金属原子，m为小于或等于“M”的配位体数目，n为小于m的正整数。“Y1”选自芳基或杂芳基，“Y2”及“Y3”独立选自含氮杂环基。“X”、“R1”、“R2”及“R3”独立选自任何取代基或氢，“A”选自芳香基、杂芳基或含氮杂环基。

10 2. 权利要求1的发光材料，其中“M”选自铱(Ir)、钌(Ru)、铱(Ir)、铂(Pt)、铼(Re)、铊(Tl)、铅(Pb)或铑(Rh)。

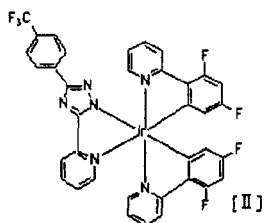
3. 权利要求1的发光材料，其中“A”选自吡啶、苯、萘、蒽、菲或联苯。

4. 权利要求1的发光材料，其中“X”、“R1”、“R2”及“R3”  
15 独立选自烷基、烷氧基、卤烷基、卤素、氰基或拉电子官能基。

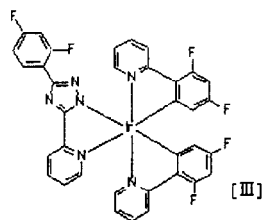
5. 权利要求1的发光材料，其中n为1。

6. 权利要求1的发光材料，为一蓝色磷光客发光体。

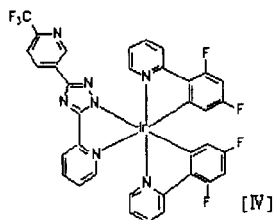
7. 权利要求1的发光材料，更以化学式[II]表示：



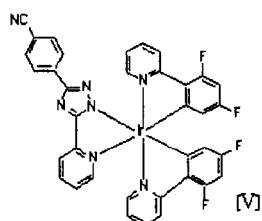
20 8. 权利要求1的发光材料，更以化学式[III]表示：



9. 权利要求 1 的发光材料, 更以化学式 [IV] 表示:



10. 权利要求 1 的发光材料, 更以化学式 [V] 表示:



5

11. 一种有机电激发光组件(OELD), 包括:

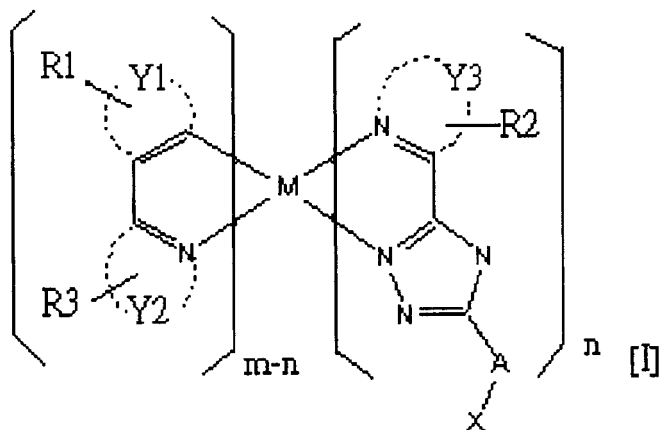
一基板;

一阳极及一阴极, 设置于该基板上;

一空穴传输层, 设置于该阳极及该阴极之间;

10 一电子传输层, 设置于该空穴传输层及该阴极之间; 以及

一发光层, 设置于该空穴传输层及该电子传输层之间, 且该发光层由一主发光体及一客发光体构成, 该客发光体以化学式 [I] 表示:



其中,“M”为原子序数大于 40 的金属原子, m 为小于或等于“M”的配位体数目, n 为小于 m 的正整数,“Y1”选自芳香基或杂芳基,“Y2”及“Y3”独立选自含氮杂环基,“X”、“R1”、“R2”及“R3”独立选自任何取代基或氢,“A”选自芳香基、杂芳基或含氮杂环基。

12.权利要求 11 的有机电激发光组件, 其中“M”选自铱(Os)、钌(Ru)、铱(Ir)、铂(Pt)、铼(Re)、铊(Tl)、铅(Pb)或铑(Rh)。

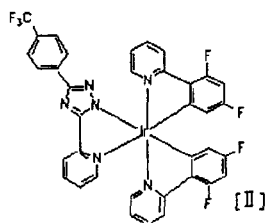
13.权利要求 11 的有机电激发光组件, 其中“A”选自吡啶、苯、萘、蒽、菲或联苯。

10 14.权利要求 11 的有机电激发光组件, 其中“X”、“R1”、“R2”及“R3”独立选自烷基、烷氧基、卤烷基、卤素、氰基或拉电子官能基。

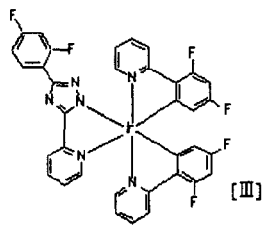
15.权利要求 11 的有机电激发光组件, 其中 n 为 1。

15 16.权利要求 11 的有机电激发光组件, 其中该客发光体为一蓝色磷光客发光体。

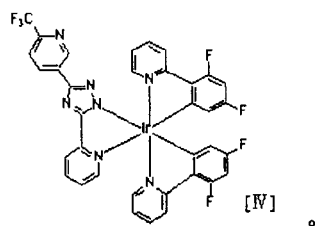
17.权利要求 11 的有机电激发光组件, 其中该客发光体更以化学式[II]表示:



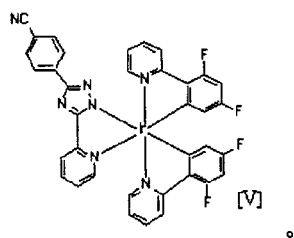
18.权利要求 11 的有机电激发光组件, 其中该客发光体更以化学式[III]表示:



19.权利要求 11 的有机电激发光组件, 其中该客发光体更以化学式[IV]表示:



20. 权利要求 11 的有机电激发光组件，其中该客发光体更以化学式[V]表示：



## 发光材料及使用其的有机电激发光组件

## 5 技术领域

本发明涉及一种发光材料，且特别是涉及一种磷光发光材料及使用其的有机电激发光组件。

## 背景技术

10 近几年来其有机电激发光显示器迅速成长，过渡金属络合物被广泛应用于发光材料上。在发光层中，发光材料可分为荧光及磷光形式，而磷光的发光效率约是荧光的三倍，磷光一般以过渡金属络合物形式而存在，因重原子效应的存在，会产生系统跨越，形成三重激发态，造成磷光机率增加，而同时也减弱荧光强度，因此发展具有高效率的磷光材料是提高整体组件发光效能的重要关键。

近来在磷光材料发展上，一般是以过渡金属络合物为主。在传统文献及相关专利中，磷光材料的中心金属以具有  $d^6$  组态的过渡金属为主，如铂(Pt)、钌(Ru)、铱(Ir)、铼(Re)及钌(Ru)等金属。由于铱金属与配位体拥有较强键合、使用期长的激发态及较高发光效率等性质，传统上都选用铱作为磷光材料的中心金属。近年来，在蓝光磷光材料发展上，一般是以铱金属络合物为主，其中以铱(III)双(4,6-二-氟苯基(fluorophenyl))-pyridinato-N,C2') picolinate(FIrpic)蓝色磷光材料最为熟悉。

25 然而，由于 FIrpics 蓝色磷光材料的升华性非常差，故其纯化过程的温度控制是一大挑战。并且，FIrpics 蓝色磷光材料在升华纯化过程中的温度不易控制，导致 FIrpics 蓝色磷光材料在升华纯化过程中产生分解现象，进而造成 FIrpics 蓝色磷光材料的产率下降。

30 此外，在传统文献及相关专利可以得知，FIrpics 蓝色磷光材料在溶液中的最大发光波长为 476,492 (nm)，而应用 FIrpics

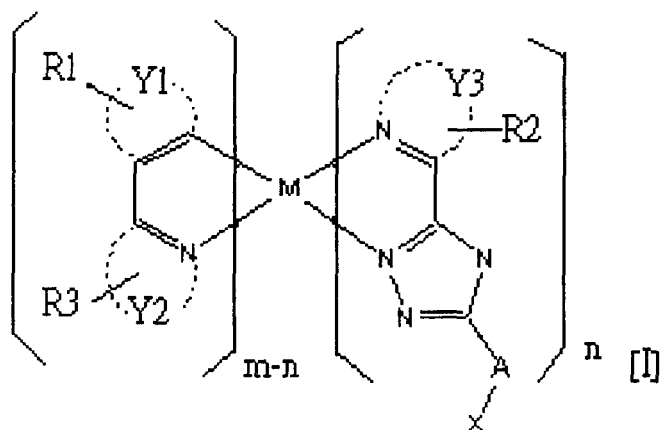
蓝色磷光材料所制备成的组件，其最大发光波长( $\lambda_{\max}$ )为475,498(nm)，且组件的 CIE[x,y]值为[0.16,0.29]。可见，FIrpic 蓝色磷光材料及使用其的组件的光色并不是很蓝。

## 5 发明内容

有鉴于此，本发明的目的就是提供一种发光材料及使用其的有机电激发光组件。其利用铱与吡啶基三唑配位体所形成的发光材料，拥有易升华、反应迅速及产率高等特性，刚好克服传统的 FIrpic 蓝色磷光材料在制备过程中所面临的不易升华、  
10 热稳定性差及纯化时间冗长等问题。因此，由于本发明合成的新发光材料拥有易升华、热稳定及反应迅速等性质，故本发明合成的新发光材料的纯化时间较传统的 FIrpic 蓝色磷光材料的纯化时间短。

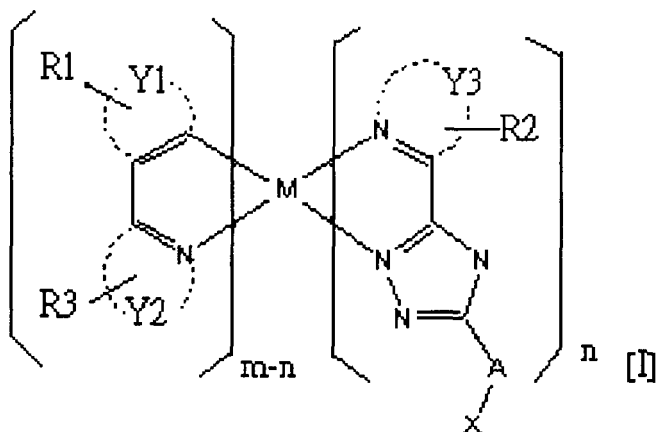
此外，本发明的发光材料在溶液中的最大发光波长为  
15 462,492 (nm)，应用本发明的发光材料的组件的最大发光波长为 464,488 (nm)，且组件的 CIE[x,y]值为[0.16, 0.27]。然而，FIrpic 蓝色磷光材料于溶液态中的最大发光波长为 476,492 (nm)，而应用 FIrpic 蓝色磷光材料所制备成的组件，其最大发光波长( $\lambda_{\max}$ )为 475,498(nm)，且组件的 CIE[x,y]值为  
20 [0.16,0.29]。相比之下，本发明的发光材料比 FIrpic 蓝色磷光材料更偏蓝，且应用本发明的发光材料的组件比应用 FIrpic 蓝色磷光材料的组件更偏蓝。可见，本发明的发光材料相当适合作为蓝色磷光材料，且应用在蓝色磷光组件中，这在研发蓝色磷光材料的领域上更是往前迈向一大步。

25 根据本发明的目的，提供一种发光材料，以化学式[I]表示：



其中，“M”为原子序数大于 40 的金属原子，m 为小于或等于“M”的配位体数目，n 为小于 m 的正整数。“Y1”选自芳基或杂芳基，“Y2”及“Y3”独立选自含氮杂环基。“X”、“R1”、  
5 “R2”及“R3”独立选自任何取代基或氢，“A”选自芳香基、杂芳基或含氮杂环基。

根据本发明的再一目的，提供一种有机电激发光组件，包括一基板、一阳极、一阴极、一空穴传输层、一电子传输层及一发光层。阳极及阴极设置于基板上，空穴传输层设置于阳极及阴极之间，电子传输层设置于空穴传输层及阴极之间。发光层设置于空穴传输层及电子传输层之间，且发光层由一主发光体及一客发光体构成，客发光体以化学式[I]表示：  
10



其中，“M”为原子序数大于 40 的金属原子，m 为小于或等于“M”的配位体数目，n 为小于 m 的正整数。“Y1”选自芳基或杂芳基，“Y2”及“Y3”独立选自含氮杂环基。“X”、“R1”、  
15

“R2”及“R3”独立选自任何取代基或氢，“A”选自芳香基、杂芳基或含氮杂环基。

为了让本发明的上述目的、特征、和优点能更明显易懂，下文特举一优选实施例，并配合附图，进行详细描述。

5

#### 附图说明

图1展示根据本发明的实施例二的有机电激发光组件的结构示意图；以及

图2展示根据本发明的实施例三的有机电激发光组件的制造方法的流程图。

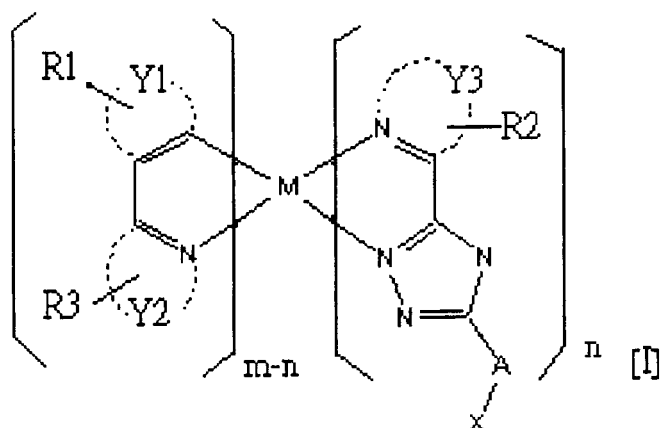
#### 主要组件符号说明

- 10: 有机电激发光组件
- 11: 基板
- 12: 阳极
- 13: 阴极
- 14: 空穴传输层
- 15: 电子传输层
- 16: 发光层
- 17: 空穴注入层
- 18: 电子注入层
- 19: 空穴阻挡层

#### 具体实施方式

##### 实施例一

本发明特别提供一种发光材料，其拥有易升华、热稳定及反应迅速等性质，故纯化时间比传统的FIrpic蓝色磷光材料短。并且，应用本发明的发光材料进一步所制备成的组件，可以比传统传统的应用FIrpic蓝色磷光材料所制备成的组件获得较高的发光效率及较低CIE值，比传统的应用FIrpic蓝色磷光材料所制备成的组件更偏向蓝光。其中，本发明所提供的发光材料以化学式[I]表示：



其中，“M”为原子序数大于 40 的金属原子，m 为小于或等于“M”的配位体数目，n 为小于 m 的正整数。“Y1”选自芳基或杂芳基，“Y2”及“Y3”独立选自含氮杂环基。“X”、“R1”、  
5 “R2”及“R3”独立选自任何取代基或氢，“A”选自芳香基、杂芳基或含氮杂环基。

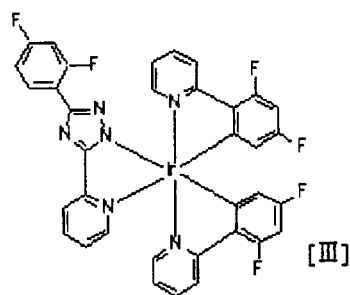
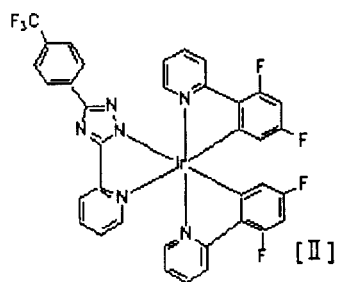
“M”选自铱(Ir)、钌(Ru)、铱(Ir)、铂(Pt)、铼(Re)、铊(Tl)、钋(Pb)或铑(Rh)。

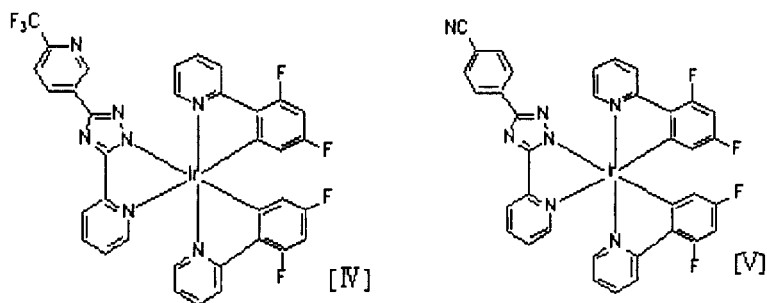
“A”选自吡啶、苯、萘、蒽、菲或联苯。

10 “X”、“R1”、“R2”及“R3”独立选自烷基、烷氧基、卤烷基、卤素、氰基或拉电子官能基。

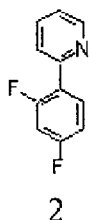
另外，上述的发光材料可以为一蓝色发光材料，如一蓝色磷光客发光体。此外，本实施例的发光材料还可制作成其它颜色的磷光材料或荧光材料。

15 在本实施例中，可利用铱(Ir)与吡啶基三唑配位体形成上述的发光材料。其中，铱(Ir)有六个单配位体数目，可外接 3 个双螯配位体。当 n 为 1 时，m 等于 2。所以，本实施例的发光材料可以是化学式[II]~[V]表示的材料，如下所示：





在制备化学式[II]~[V]所示的发光材料的过程中, 首先, 在步骤 a 中, 合成(2,4-二氟-苯基)-吡啶(2,4dfppy)配位体, 以化合物 1 表示, 其化学结构如下所示:

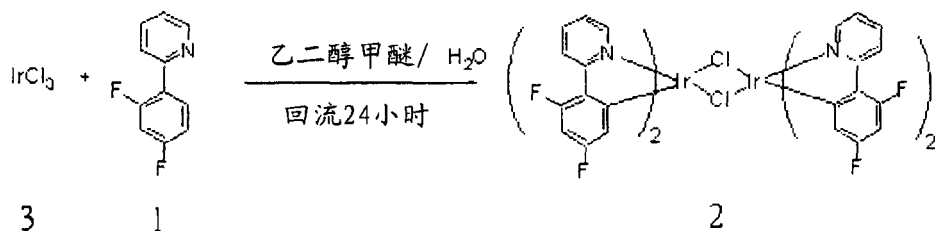


5

在步骤(a)中, 首先, 取 1.0 克及 6.3 毫摩尔的 2,4-二氟苯基硼酸、0.036 克及 0.16 毫摩尔的醋酸钯和 0.168 克及 0.641 毫摩尔的 Triphenylphosphane 分散于摩尔浓度为 2M 及体积为 12 毫升的碳酸钾( $K_2CO_3$ )水溶液和体积为 6 毫升的 1,2-二甲氧基乙烷溶剂中。接着, 逐滴加入 6.33 毫摩尔及体积为 0.6 毫升的 2-溴吡啶于上述溶液中, 且将溶液回流反应 24 小时。待反应 24 小时完毕后, 静置溶液以冷却溶液温度至室温。接着, 把溶液中的溶剂抽干, 可得一个黄棕色固体, 且把此黄色固体溶于适量的水, 水的体积约 60 毫升。然后, 利用二氯甲烷( $Cl_2CH_2$ )萃取, 以体积 50 毫升为单位萃取体积且萃取 2 次。接着, 取萃取后溶液中的有机层, 再利用硫酸钠( $Na_2SO_4$ )除水, 利用过滤板把硫酸钠及过量未反应完的催化剂过滤掉。然后, 把收集到的有机层, 利用旋转浓缩机把溶剂抽干, 即可获得产物。接着, 利用再结晶以二氯甲烷/正己烷为溶剂, 可获得到淡黄色晶体产物, 即上述的化合物 1。其中, 上述化合物 1 的产量为 0.43 克, 而其摩尔数为 2.25 毫摩尔, 且其产率为 36%。

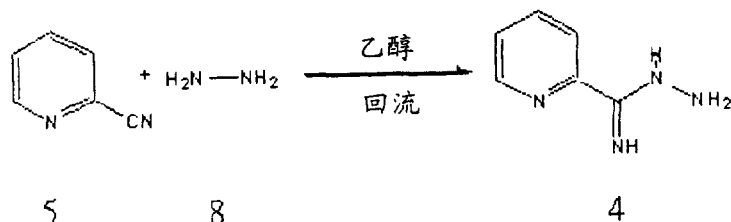
20

接着, 进入步骤(b), 合成 $[(2,4dfppy)_2Ir(\mu-Cl)_2Ir(2,4dfppy)_2]$ 二聚物配位体, 以化合物 2 表示, 化合物 2 的合成反应式将如下所示:



在步骤(b)中,首先,取 3.0 克及 8.52 毫摩尔的氯化铱( $\text{IrCl}_3$ , 以化合物 3 表示)与 3.74 克及 19.6 毫摩尔的化合物 1 溶于乙二醇甲醚(2-methoxyethanol)/水的体积比为 3:1 的适量混合溶剂中,且回流反应 24 小时。待反应 24 小时完毕后,加入 20 毫升水于上述反应溶液中,将会有大量的固体析出。接着,利用抽气过滤方式,得到产物。然后,反复以水及正己烷润洗产物多次后,再以真空干燥产物,可得铱金属二聚物络合物,即上述的化合物 2。其中,上述化合物 2 的产量为 8.5 克,而其摩尔数为 6.9 毫摩尔,且其产率为 82%。

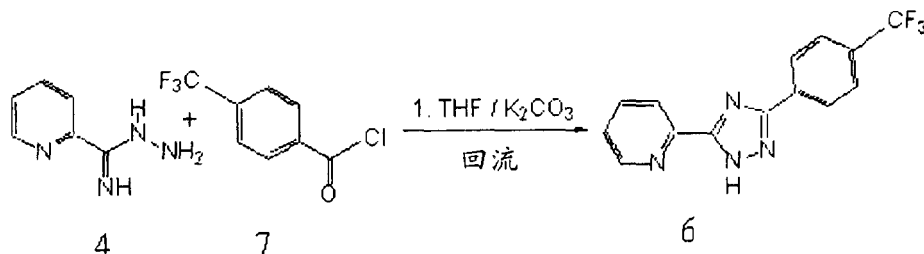
然后,进入步骤(c),合成酰肼脎(hydrazidines, 或称为 hydrazide hydrazone)前趋物,在此以化合物 4 表示。化合物 4 的合成反应式将如下所述:



在步骤(c)中,首先,取 15 毫升及 155.7 毫摩尔的 2-氰基吡啶与 98%、30 毫升及 622.7 毫摩尔的联胺(以化合物 8 表示)溶于适量的乙醇(EtOH)溶剂中,室温下均匀混合回 2 小时。待反应停止后,利用旋转浓缩机把溶剂抽干,并利用乙醚做萃取,重复 3 次。接着,利用硫酸镁除水,再抽干溶剂,可得到淡黄色固体。然后,利用乙醇做再结晶,可得到淡黄色固体,即上述的化合物 4。其中,上述化合物 4 的产量为 16.5 克,而其摩尔数为 121.5 毫摩尔,且其产率为 78%。

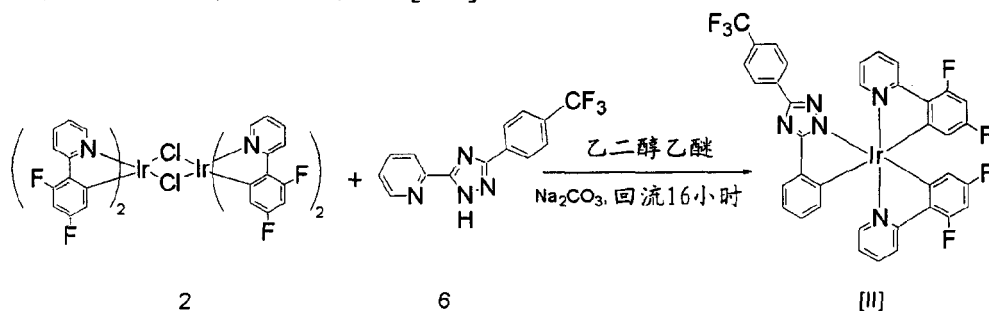
需要注意的是,以上步骤(a)~(c)为合成上述化学式[II]~[V]所示的发光材料时的相同步骤,以下先以化学式[II]所示的发光材料的后续制备步骤为例做说明。

待化合物 4 被合成后, 进入步骤(d1)中, 合成[3-(4-三氟甲基-苯基)]-5-(2-吡啶基)-1,2,4-三唑配位体(CF<sub>3</sub>-Ph-PytzH), 在此以化合物 6 表示。化合物 6 的合成反应式将如下所示:



- 5 在步骤(d1)中, 首先, 取 1.0 克及 4.80 毫摩尔的 4-三氟甲基苯酰氯(以化合物 7 表示)溶于 10 毫升的四氢呋喃(THF)溶剂。另外, 取 0.65 克及 4.80 毫摩尔的化合物 4 与 0.33 克及 2.40 毫摩尔的碳酸钾溶于 40 毫升的 THF 溶剂中。接着, 逐滴把含有化合物 7 及 THF 的溶液滴入于上述含有化合物 4、碳酸钾及 THF 的溶液中, 马上会有沉淀物析出。待持续反应 6 小时后, 利用抽气过滤方式, 得到产物。接着, 反复以水及正己烷润洗产物多次后, 再真空干燥产物。然后, 再把此产物溶于乙二醇, 加热回流反应 30 分钟后停止反应。待溶液冷却且静置一段时间后, 会有固体沉淀物析出。接着, 利用抽气过滤方式, 反复以水及正己烷润洗固体沉淀物多次后, 真空干燥被清洗过的固体沉淀物, 得到较干燥的中间产物。然后, 利用升华纯化此中间产物, 以获得上述的化合物 6。其中, 上述化合物 6 的产量为 1.05 克, 而其摩尔数为 3.61 毫摩尔, 且其产率为 74%。

- 20 然后, 进入步骤(e1)中, 利用化合物 2 及 6 合成化学式[II]所示的发光材料, 化学式[II]的合成反应式将如下所示:

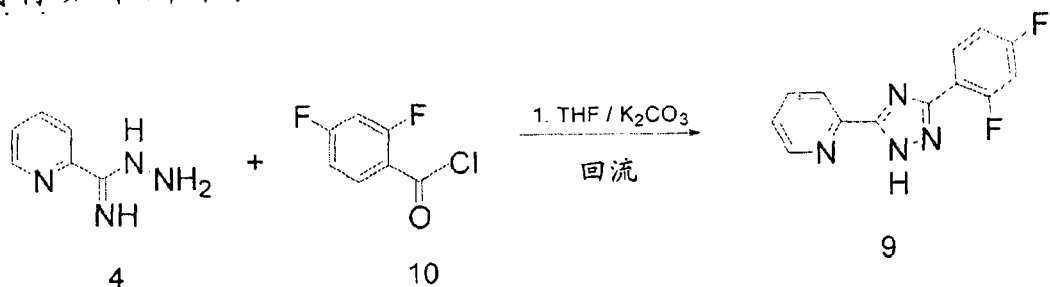


在步骤(e1)中, 首先, 取 2.5 克及 2.0 毫摩尔的化合物 2、

1.31 克及 4.5 毫摩尔的化合物 6 和过量的碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )溶于乙二醇乙醚溶剂中, 回流反应 16 小时。待反应 16 小时完毕后, 加入 20 毫升水于上述反应溶液中, 会有固体析出。接着, 利用抽气过滤方式, 反复以水及正己烷润洗固体多次。然后, 将收集得到的产物抽干后, 再进行升华纯化, 以获得化学式[II]所示的发光材料。其中, 化学式[II]所示的发光材料的产量为 1.46 克, 其摩尔数为 1.7 毫摩尔, 且其产率为 85%。

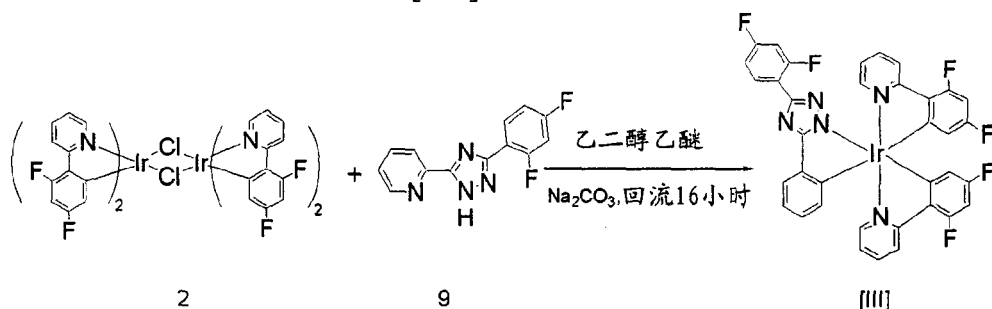
以化学式[III]所示的发光材料的后续制备步骤为例做说明。

10 待化合物 2 及 4 在对应的步骤(a)~(c)中被合成后，进入步骤(d2)中，合成[3-(2-氟-4-氟-苯基)]-5-(2-吡啶基)-1,2,4-三唑配位体(2F-Ph-PyztH)，在此以化合物 9 表示。化合物 9 的合成反应式将如下所示：



在步骤(d2)中，首先，取 1.0 克及 5.7 毫摩尔的 2,4-二氟-苯酰氯(以化合物 10 表示)溶于 10 毫升的 THF 溶剂中。另外，取 0.78 克及 5.7 毫摩尔的化合物 4 与 0.40 克及 2.85 毫摩尔的碳酸钾溶于 40 毫升 THF 溶剂中。接着，逐滴把含有化合物 10 的溶液滴入于上述含有化合物 4 的溶液中，马上会有沉淀物析出。待持续反应 6 小时后，利用抽气过滤方式，得到产物。接着，反复以水及正己烷润洗产物多次后，且真空干燥产物。然后，把此产物溶于乙二醇，加热回流反应 30 分钟后停止反应。接着，待冷却且静置一段时间后，会有固体沉淀物析出。然后，利用抽气过滤方式，反复以水及正己烷润洗固体沉淀物多次后，真空干燥被清洗过的固体沉淀物，得到最终产物，即上述的化合物 9。其中，化合物 9 的产量为 1.15 克，而其摩尔数为 4.45 毫摩尔，且其产率为 78%。

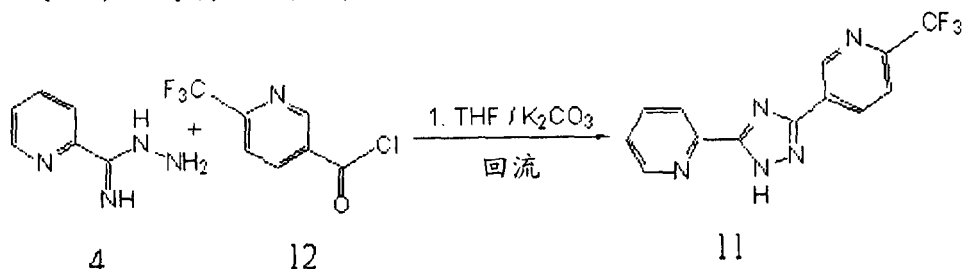
然后,进入步骤(e2)中,利用化合物 2 及 9 合成化学式[III]所示的发光材料,化学式[III]的合成反应式将如下所示:



在步骤(e2)中,首先,取 2.5 克及 2.0 毫摩尔的化合物 2、  
 5 1.14 克及 4.4 毫摩尔的化合物 9 和过量的碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )溶于乙二醇乙醚溶剂中,回流反应 16 小时。待反应 16 小时完毕后,加入 20 毫升水于上述反应溶液中,会有固体析出。接着,利用抽气过滤方式,反复以水及正己烷润洗固体多次。然后,将收集得到的产物抽干后,再进行升华纯化,以获得化学式[III]所示的发光材料。其中,化学式[III]所示的发光材料的产量为  
 10 0.96 克,其摩尔数为 1.2 毫摩尔,且其产率为 58%。

以化学式[IV]所示的发光材料的后续制备步骤为例做说明。

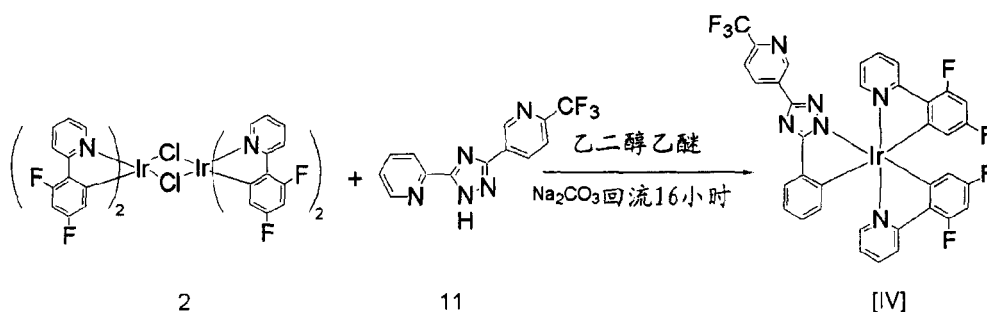
待化合物 2 及 4 在对应的步骤(a)~(c)中被合成后,进入步  
 15 骤(d3)中,合成[3-(4-三氟甲基-吡啶基)]-5-(2-吡啶基)-1,2,4-三唑配位体( $\text{CF}_3\text{-Py-PytrH}$ ),在此以化合物 11 表示。化合物 11 的合成反应式将如下所示:



在步骤(d3)中,首先,取 1.0 克及 4.8 毫摩尔的 6-三氟甲基-烟碱基氯(以化合物 12 表示)溶于 10 毫升的 THF 溶剂中。另外,取 0.65 克及 4.8 毫摩尔的化合物 4 与 0.33 克及 2.40 毫摩尔的碳酸钾溶于 40 毫升的 THF 溶剂中。接着,逐滴把含有化合物 12 的溶液滴入于上述含有化合物 4 的溶液中,马上会有

沉淀物析出。待持续反应 6 小时后，利用抽气过滤方式，得到产物。接着，反复以水及正己烷润洗产物多次后，且真空干燥产物。然后，把此产物溶于乙二醇，加热回流反应 30 分钟后停止反应。接着，待冷却且静置一段时间后，会有固体沉淀物析出。然后，利用抽气过滤方式，反复以水及正己烷润洗固体沉淀物多次后，真空干燥被清洗过的固体沉淀物，得到最终产物，即上述的化合物 11。其中，化合物 11 的产量为 1.01 克，而其摩尔数为 3.43 毫摩尔，且其产率为 72%。

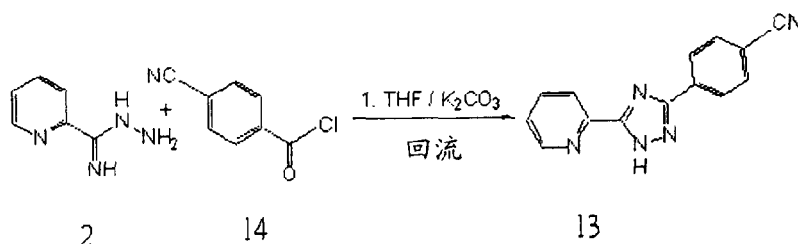
然后，进入步骤(e3)中，利用化合物 2 及 11 合成化学式[IV]所示的发光材料，化学式[IV]的合成反应式将如下所示：



在步骤(e3)中，首先，取 2.5 克及 2.0 毫摩尔的化合物 2、1.32 克及 4.5 毫摩尔的化合物 11 和过量的碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )溶于乙二醇乙醚溶剂中，回流反应 16 小时。待反应 16 小时完毕后，加入 20 毫升的水于上述反应溶液中，会有固体析出。接着，利用抽气过滤方式，反复以水及正己烷润洗固体多次。然后，将收集得到的产物抽干后，再进行升华纯化，以获得化学式[IV]所示的发光材料。其中，化学式[IV]所示的发光材料的产量为 1.12 克，其摩尔数为 1.3 毫摩尔，且其产率为 65%。

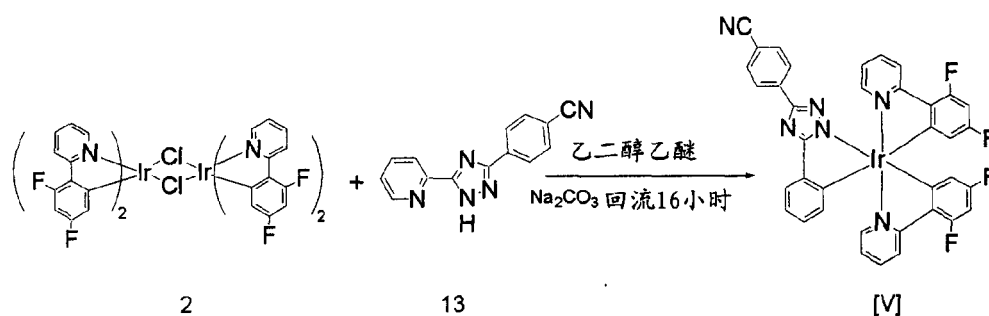
以化学式[V]所示的发光材料之后续制备步骤为例做说明。

待化合物 2 及 4 在对应的步骤(a)~(c)中被合成后，进入步骤(d4)中，合成 3-氟基-苯基-5-(2-吡啶基)-1,2,4-三唑配位体(CN-Ph-PyztH)，在此以化合物 13 表示。化合物 13 的合成反应式将如下所示：



在步骤(d4)中，首先，取 1.0 克及 6.0 毫摩尔的 4-氰基-苯酰氯(以化合物 14 表示)溶于 10 毫升的 THF 溶剂中。另外，取 0.82 克及 6.0 毫摩尔的化合物 4 与 0.41 克及 3.0 毫摩尔的碳酸钾溶于 40 毫升的 THF 溶剂中。接着，逐滴把含有化合物 14 的溶液滴入于上述含有化合物 4 的溶液中，马上会有沉淀物析出。待持续反应 6 小时后，利用抽气过滤方式，得到产物。接着，反复以水及正己烷润洗产物多次后，且真空干燥产物。然后，把此产物溶于乙二醇，加热回流反应 30 分钟后停止反应。接着，待冷却且静置一段时间后，会有固体沉淀物析出。然后，利用抽气过滤方式，反复以水及正己烷润洗固体沉淀物多次后，真空干燥被清洗过的固体沉淀物，得到最终产物，即上述的化合物 13。其中，化合物 13 的产量为 1.1 克，而其摩尔数为 4.5 毫摩尔，且其产率为 75%。

然后，进入步骤(e4)中，利用化合物 2 及 13 合成化学式[V]所示的发光材料，化学式[V]的合成反应式将如下所示：



在步骤(e4)中，首先，取 2.5 克及 2.0 毫摩尔的化合物 2、1.11 克及 4.5 毫摩尔的化合物 13 和过量的碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )溶于乙二醇乙醚溶剂中，回流反应 16 小时。待反应 16 小时完毕后，加入 20 毫升的水于上述反应溶液中，会有固体析出。接着，利用抽气过滤方式，反复以水及正己烷润洗固体多次。然后，

将收集得到的产物抽干后,再进行升华纯化,以获得化学式[V]所示的发光材料。其中,化学式[V]所示的发光材料的产量为0.85克,其摩尔数为1.04毫摩尔,且其产率为52%。

在本实施例中,以仪器厂牌及型号为Hitachi F-4500的分光光度计(spectrophotometer)观察上述化学式[II]~[V]所示的发光材料在薄膜态或溶液态中的发射光谱(Photoluminescence spectra, PL),例如观察上述化学式[II]~[V]所示的发光材料在二氯甲烷溶液中的发射光谱。从各发光材料在二氯甲烷溶液中的发射光谱中,可以看出各发光材料在溶液态中的最大发光波长 $\lambda$ (nm)。此外,将各发光材料的最大发光波长 $\lambda$ (nm)及CIE[x,y]值记录于下表中。

| 发光材料     | 最大发光波长 $\lambda$ (nm) | CIE[x,y]值  |
|----------|-----------------------|------------|
| 化学式[II]  | 462, 490              | 0.13, 0.25 |
| 化学式[III] | 468, 492              | 0.13, 0.32 |
| 化学式[IV]  | 468, 490              | 0.14, 0.31 |
| 化学式[V]   | 468, 492              | 0.14, 0.32 |

从上表中可以知道,化学式[II]~[V]所示的发光材料在溶液态中的最大发光波长分别落入蓝光波长范围内,且化学式[II]~[V]所示的发光材料的CIE[x,y]值也落在蓝色区域。其中,化学式[II]~[V]所示的发光材料比传统的FIrpic蓝色磷光材料更偏蓝,且化学式[II]所示的发光材料的CIE[x,y]值比化学式[III]~[V]所示的发光材料的CIE值更偏蓝,故化学式[II]~[V]所示的发光材料适合作为蓝色发光材料,如蓝色磷光发光材料。然而本实施例的技术并不局限在此,例如,化学式[II]~[V]所示的发光材料还可作为蓝色荧光发光材料或其它颜色的发光材料,如其它颜色的磷光或荧光发光材料。

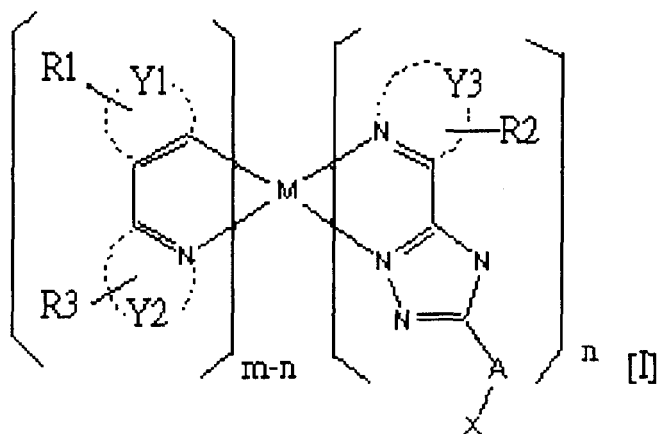
本实施例所公开的发光材料拥有易升华、反应迅速及产率高等特性,刚好克服传统的FIrpic蓝色磷光材料在制备过程中所面临的不易升华、热稳定性差及纯化时间冗长等问题。因此,由于本实施例合成的新发光材料拥有易升华、热稳定及反应迅

速等性质，故本实施例合成的新发光材料的纯化时间比传统的FIrpic蓝色磷光材料的纯化时间短，在研发蓝色磷光材料的领域上更是往前迈向一大步。

## 5 实施例二

请参照图 1，其展示根据本发明的实施例二的有机电激发光组件(OELD)的结构示意图。在本实施例中，有机电激发光组件包含小分子有机发光二极管(OLED)及聚合物发光二极管(polymer light emitting diode, PLED)，在此以 OLED 为例作说明，但本实施例所公开的技术也可应用在 PLED 上。

在图 1 中，有机电激发光组件 10 包括一基板 11、一阳极 12、一阴极 13、一空穴传输层 14、一电子传输层 15 及一发光层 16。阳极 12 及阴极 13 设置于基板 11 上，空穴传输层 14 设置于阳极 12 及阴极 13 之间，电子传输层 15 设置于空穴传输层 14 及阴极 13 之间。发光层 16 设置于空穴传输层 14 及电子传输层 15 之间，且发光层 16 由一主发光体及一客发光体构成，客发光体以化学式 [I] 表示：



其中，“M”为原子序数大于40的金属原子，m为小于或等于“M”的配位体数目，n为小于m的正整数。“Y1”选自芳基或杂芳基，“Y2”及“Y3”独立选自含氮杂环基。“X”、“R1”、“R2”及“R3”独立选自任何取代基或氢，“A”选自芳香基、杂芳基或含氮杂环基。

“M”选自钨(Os)、钌(Ru)、铱(Ir)、铂(Pt)、铼(Re)、铊(Tl)、

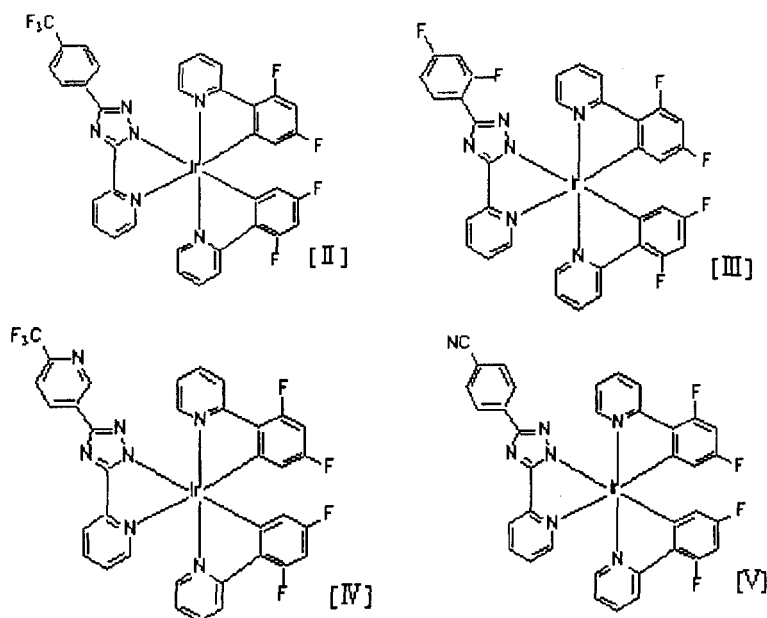
钋(Pb)或铑(Rh)。

“A”选自吡啶、苯、萘、蒽、菲或联苯。

“X”、“R1”、“R2”及“R3”独立选自烷基、烷氧基、卤烷基、卤素、氰基或拉电子官能基。

- 5 另外，上述的发光材料可以为蓝色发光材料，如一蓝色磷光客发光体。此外，本实施例的发光材料还可制作成其它颜色的磷光材料或荧光材料。在本实施例中，n为1。

在本实施例中，系可利用铱(Ir)与吡啶基三唑配位体形成上述的发光材料。其中，铱(Ir)有六个单配位体数目，可外接3  
10 个双螯配位体。当n为1时，m等于2。所以，本实施例的发光材料可以是化学式[II]~[V]表示的材料，如下所示：



在本实施例中，有机电激发光组件 10 还包括一空穴注入  
15 层 17，此空穴注入层 17 设置于空穴传输层 14 及阳极 12 之间。此外，有机电激发光组件 10 更包括一电子注入层 18，此电子注入层 18 设置于电子传输层 15 及阴极 13 之间。另外，有机电激发光组件 10 还包括一空穴阻挡层 19，此空穴阻挡层 19 设置于电子传输层 15 及发光层 16 之间。

20 至于组件的电性注入效果、亮度表现、发光效率及光电转换效率将简单说明如下。在本实施例中，基板 11、阳极 12、阴极 13、主发光体及客发光体分别以玻璃基板、铟锡氧化物

(ITO)、氟化锂(LiF)及铝(Al)所构成的复合阴极、N,N'-dicarbazole-1,3-苯(mCP)、及化学式[IV]所示的发光材料为例作说明。此外,以改变化学式[IV]所示的发光材料在mCP中的掺杂体积浓度的方式,观察组件的电性注入效果、亮度表现、发光效率及光电转换效率的变化。当化学式[IV]所示的发光材料在mCP中的掺杂体积浓度为10~12%时,组件的电性注入效果、亮度表现、发光效率及光电转换效率较佳。其中,组件的发光效率可高达10.7(cd/A),但本实施例的技术并不局限在此。

在应用化学式[IV]所示的发光材料的组件的发光颜色方面,当客发光体的掺杂体积越高时,组件的CIE[x,y]值越大,但还是在蓝色区域。其中,组件的CIE[x,y]值约在[0.16, 0.28]。当客发光体的掺杂体积浓度固定不变时,随着组件的操作电压的增加,组件的CIE[x,y]值略有些许下降,但还是在蓝色区域。其中,应用化学式[IV]所示的发光材料的组件的最大发光波长为464(nm),与化学式[IV]所示的发光材料在溶液态的最大发光波长468(nm)相差仅为4(nm)。

因此,组件的客发光体的掺杂浓度为12%左右时,其效率表现最佳,且客发光体的掺杂浓度太高或太低,对组件的效率表现都不好。

另外,以化学式[II]所示的发光材料为客发光体,并固定化学式[II]所示的发光材料在mCP中的掺杂体积浓度为11%。在改变电子传输层的厚度的情况下,观察组件的电性注入效果、亮度表现、发光效率及光电转换效率的变化。当电子传输层的厚度越大时,组件的电性注入效果越差,但组件的发光效率及光电转换效率越佳。其中,组件的发光效率可高达9.2(cd/A)。至于组件的亮度表现方面,并没有因电子传输层的厚薄而有太大差异,但本实施例的技术并不局限在此。

在应用化学式[II]所示的发光材料的组件的发光颜色方面,组件,其CIE[x,y]值约在[0.16, 0.27],属于蓝色区域。随着操作电压的增加,组件的CIE y值随着下降。当电子传输层厚度越厚时,组件的CIE[x,y]值越低,但还是属于蓝色区域。其中,

应用化学式[II]所示的发光材料的组件的最大发光波长为 464 (nm)，与应用化学式[II]所示的发光材料在溶液态中得最大发光波长 462 nm 仅相差 2 (nm)而已。

5 根据上述，应用[II]~[V]表示的发光材料的组件可以为蓝色组件，如蓝色磷光组件。然而本实施例的技术并不局限在此，例如，化学式[II]~[V]所示的发光材料还可作为蓝色荧光组件或其它颜色的组件，如其它颜色的磷光或荧光组件。

然而本领域的普通技术人员可以理解本实施例的技术并不局限在此，例如，阳极 12 及阴极 13 包含金属、金属合金或  
10 透明导电材料，且阳极 12 及阴极 13 的中至少一电极为透明或半透明电极。上述的透明导电材料包含铟锡氧化物 (ITO)、铟锌氧化物 (IZO)、镉锡氧化物 (CTO)、氧化锡 ( $\text{SnO}_2$ ) 及氧化锌 ( $\text{ZnO}$ ) 等类似的透明金属氧化物，上述的金属及金属合金包含金 (Au)、铝 (Al)、铟 (In)、镁 (Mg) 及钙 (Ca) 等。

15 当只有阳极 12 为透明或半透明时，阴极 13 可以为反射性金属，则有机电激发光组件 10 为底部发光组件 (bottom emission device)，且基板 11 必须为透明或半透明基板。当只有阴极 13 为透明或半透明时，阳极 12 可以为反射性金属，则有机电激发光组件 10 为顶部发光组件 (top emission device)，  
20 且基板 11 可为透明、半透明或非透明基板。当阳极 12 及阴极 13 为透明或半透明时，有机电激发光组件 10 为双面发光组件 (dual emission device)，且基板 11 必须为透明或半透明基板。

本实施例的有机电激发光组件 10 可以应用在计算机屏幕、平面电视、监控屏幕、车用型电视、行动电话、掌上型游戏装置、  
25 数码照相机 (DC)、数码摄像机 (DV)、数字播放装置、个人数字助理 (PDA)、联网机 (webpad)、笔记本电脑、掌上型计算机、膝上型计算机及桌上型计算机 (Table PC) 等电子产品上。

### 30 实施例三

参照图 2，其展示根据本发明的实施例三的有机电激发光

组件的制造方法的流程图。同时参考图 1, 首先, 在步骤 21 中, 提供一基板 11。接着, 进入步骤 22 中, 形成一阳极 1 于基板 11 上。然后, 进入步骤 23 中, 形成一空穴注入层 17 于阳极 12 上。接着, 进入步骤 24 中, 形成一空穴传输层 14 于空穴注入层 17 上。然后, 进入步骤 25 中, 形成一发光层 16 于空穴传输层 14 上, 发光层 16 由一主发光体及一客发光体构成, 客发光体以上述的化学式[I]表示。接着, 进入步骤 26 中, 形成一空穴阻挡层 19 于发光层 16 上。然后, 进入步骤 27 中, 形成一电子传输层 15 于空穴阻挡层 19 上。接着, 进入步骤 28 中, 形成一电子注入层 18 于电子传输层 15 上。然后, 进入步骤 29 中, 形成一阴极 13 于电子注入层 18 上, 因此, 有机电激发光组件 10 完成。

虽然本实施例的发光材料以客发光体为例作说明, 但本实施例的技术并不局限在此。例如, 本实施例的发光材料可当作一个主发光体, 而与其它客发光体构成发光层。

本发明上述实施例所公开的发光材料及使用其的有机电激发光组件, 其利用铱与吡啶基三唑配位体所形成的发光材料, 拥有易升华、反应迅速及产率高等特性, 刚好克服传统的 FIrpic 蓝色磷光材料在制备过程中所面临的不易升华、热稳定性差及纯化时间冗长等问题。因此, 由于本实施例合成的新发光材料拥有易升华、热稳定及反应迅速等性质, 故本实施例合成的新发光材料的纯化时间比传统的 FIrpic 蓝色磷光材料的纯化时间短。

此外, 本实施例的发光材料在溶液中的最大发光波长为 462,492 (nm), 应用本实施例的发光材料的组件的最大发光波长为 464,488 (nm), 且组件的 CIE[x,y]值为[0.16, 0.27]。然而, FIrpic 蓝色磷光材料在溶液态中的最大发光波长为 476,492 (nm), 而应用 FIrpic 蓝色磷光材料所制备成的组件, 其最大发光波长 ( $\lambda_{\max}$ ) 为 475,498(nm), 且组件的 CIE[x,y]值为 [0.16,0.29]。相比之下, 本实施例的发光材料比 FIrpic 蓝色磷光材料更偏蓝, 且应用本实施例的发光材料的组件比应用

FIrpic 蓝色磷光材料的组件更偏蓝。可见，本实施例的发光材料相当适合作为蓝色磷光材料，且应用在蓝色磷光组件中，这在研发蓝色磷光材料的领域上更是往前迈向一大步。

- 综上所述，虽然本发明已以一优选实施例公开如上，然而
- 5 其并非用以限定本发明，任何本领域的技术人员，在不脱离本发明的精神和范围内，当可作各种的变化与改进，因此本发明的保护范围应以后附的权利要求界定者为准。

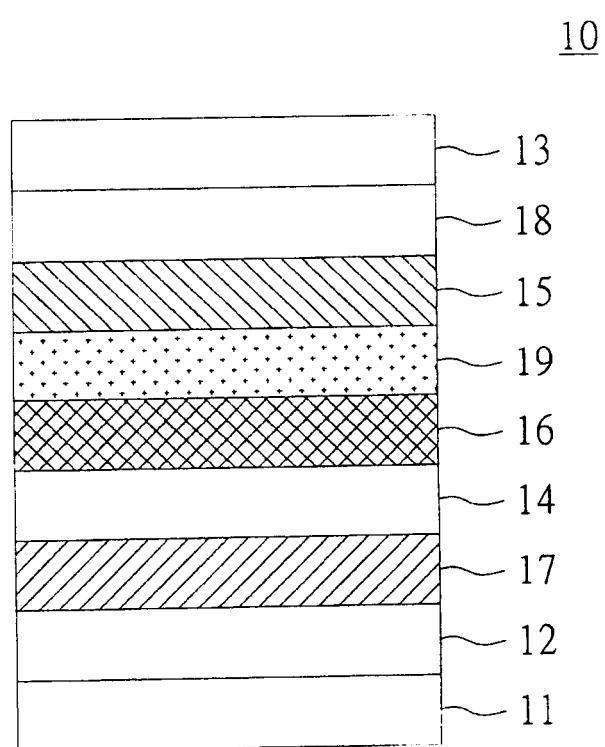


图 1

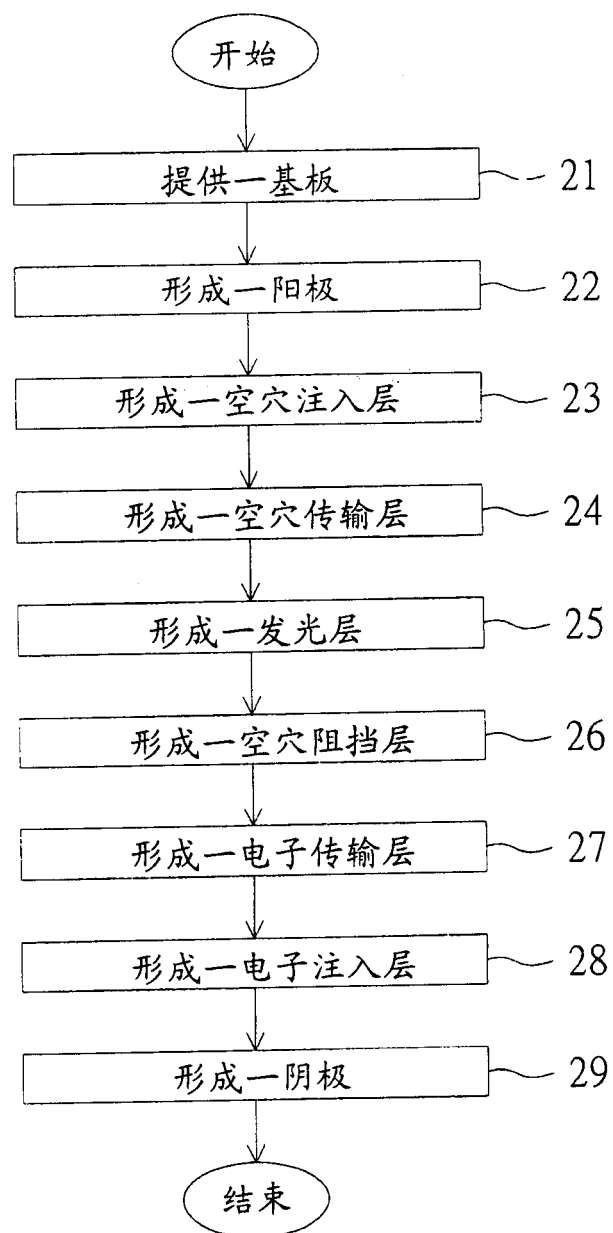


图 2

|                |                                                |         |            |
|----------------|------------------------------------------------|---------|------------|
| 专利名称(译)        | 发光材料及使用其的有机电激发光组件                              |         |            |
| 公开(公告)号        | <a href="#">CN1696243A</a>                     | 公开(公告)日 | 2005-11-16 |
| 申请号            | CN200510081367.1                               | 申请日     | 2005-06-28 |
| [标]申请(专利权)人(译) | 友达光电股份有限公司                                     |         |            |
| 申请(专利权)人(译)    | 友达光电股份有限公司                                     |         |            |
| 当前申请(专利权)人(译)  | 友达光电股份有限公司                                     |         |            |
| [标]发明人         | 吴珮琪                                            |         |            |
| 发明人            | 吴珮琪                                            |         |            |
| IPC分类号         | C09K11/06 H05B33/14                            |         |            |
| 代理人(译)         | 宋莉                                             |         |            |
| 其他公开文献         | CN100503771C                                   |         |            |
| 外部链接           | <a href="#">Espacenet</a> <a href="#">SIPO</a> |         |            |

摘要(译)

一种有机电激发光组件，包括一基板、一阳极、一阴极、一空穴传输层、一电子传输层及一发光层。阳极及阴极设置于基板上，空穴传输层设置于阳极及阴极之间，电子传输层设置于空穴传输层及阴极之间。发光层设置于空穴传输层及电子传输层之间，且发光层由一主发光体及一客发光体构成，客发光体以化学式[I]表示。其中，“M”为原子序数大于40的金属原子，m为小于或等于“M”的配位体数目，n为小于m的正整数。“Y1”选自芳基或杂芳基，“Y2”及“Y3”独立选自含氮杂环基。“X”、“R1”、“R2”及“R3”独立选自任何取代基或氢，“A”选自芳香基、杂芳基或含氮杂环基。

