

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 00111328.3

[43] 公开日 2001 年 2 月 14 日

[11] 公开号 CN 1283665A

[22] 申请日 2000.8.31 [21] 申请号 00111328.3

[71] 申请人 山东大学

地址 250100 山东省济南市山大南路 27 号

[72] 发明人 陶绪堂 王继扬 邵宗书

于晓强 蒋民华

[74] 专利代理机构 山东大学专利事务所

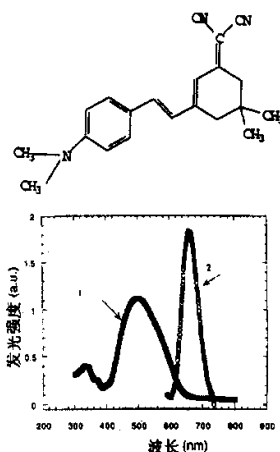
代理人 刘旭东

权利要求书 1 页 说明书 2 页 附图页数 1 页

[54] 发明名称 一种用于电致发光器件的红色荧光材料及制备方法

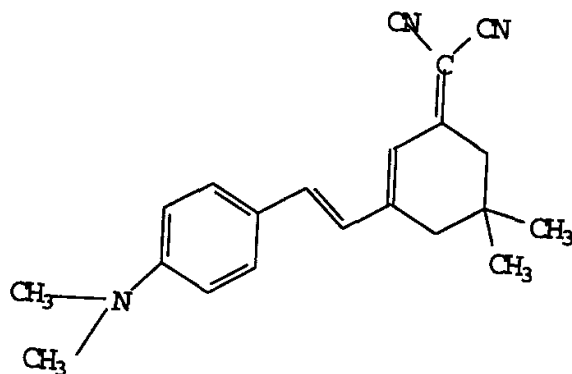
[57] 摘要

本发明属于光电子技术领域。本发明的主要内容就是利用单槽合成法得到一种具有高的荧光效率和良好颜色纯度的红色荧光材料。这种材料直接或以掺质形式进入 Alq_3 基质作为激活层,用于电致发光二极管中,可发出 630nm 的红光,它的基本组成为 3-二腈甲撑-5,5-二甲基-1-(4-二甲基胺-苯乙烯基)-1-环己烯,其化学式为 $\text{C}_{21}\text{H}_{23}\text{N}_3$,其结构式为:



权 利 要 求 书

1. 一种用于电致发光器件的红色荧光材料，其特征是该红色荧光材料的基本组成为 3—二腈甲撑—5, 5—二甲基—1—(4—二甲基胺—苯乙烯基)—1—环己烯，化学式为 $C_{21}H_{23}N_3$ ，其结构式为：



2. 一种如权利要求 1 所述的用于电致发光器件的红色荧光材料的制备方法，其特征是制备步骤如下：
- (1) 将丙二腈和 3, 5, 5—三甲基—2—环己烯—1 按重量比 1: 2.3 溶于 1 体积的二甲基甲酰胺中，搅拌均匀，得到混合均匀的溶液，然后向溶液中加入哌啶、冰醋酸和醋酐，它们和丙二腈的重量比为 1: 0.23:0.05:0.03，在 75℃~85℃ 下搅拌 50~90 分钟，得到混合均匀的溶液，然后
 - (2) 将混合均匀的溶液减压蒸馏，过量的二甲基甲酰胺蒸发逸去，再
 - (3) 将蒸去溶剂后的产物用 0.06 体积浓盐酸和 2 体积热水处理，处理后得到沉淀物，并将沉淀物进行过滤，然后
 - (4) 向过滤后得到的沉淀物中加入 0.3 体积的 2—丙醇和 0.04 体积的水，充分研磨，再将固体和液体分离、干燥，得到粗产品，而后
 - (5) 向粗产品中加入 8 体积二氯甲烷和 2 体积己烷的混合溶液，经快速色层分离，最终获得红色粉末状固体。

说明书

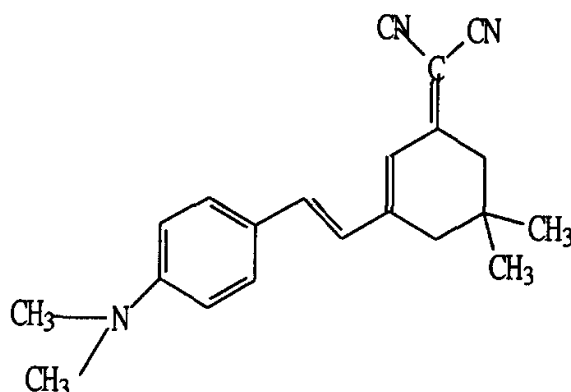
一种用于电致发光器件的红色荧光材料及制备方法

本发明涉及一种用于电致发光器件的红色荧光材料及其制备方法，属于光电子技术领域。

近年来，有机电致发光（EL）引起人们极大的重视。有机电致发光基于在电致发光器件中从阴极和阳极之间流动的电子或空穴注入有机电致发光激活层，形成游子的发射，其发射波长取决于材料的特征。人们希望通过有机电致发光器件实现全色显示，因此，需要红、绿、蓝三种基色。目前，绿色和蓝色有机电致发光材料已经实现了高的荧光效率和较好的颜色纯度。但是，对于红色有机电致发光材料来说，仍然面临着效率低和颜色纯度差等问题。

本发明的目的就是为了解决现有技术存在的荧光效率低、颜色纯度差的缺点，而提供一种具有高荧光效率、颜色纯度好的红色电致发光材料及其制备方法。

本发明的主要内容是这种用于电致发光器件的红色荧光材料，其基本组成为 3—二腈甲撑—5, 5—二甲基—1—（4—二甲基胺—苯乙烯基）—1—环己烯，其化学式为 $C_{21}H_{23}N_3$ ，其结构式为：



这种具有高荧光效率和良好颜色纯度的红色荧光材料，可以通过单槽合成方法得到，具体制备步骤如下：

（1）将丙二腈和 3, 5, 5—三甲基—2—环己烯—1 按重量比 1: 2.3 溶于 1 体积的二甲基甲酰胺中，搅拌均匀，得到混合均匀的溶液，然后向溶液中加入吡啶、冰醋酸和醋酐，它们和丙二腈的重量比为 1: 0.23:0.05:0.03，在 75℃~85℃ 下搅拌 50~90 分钟，得到混合均匀的溶液，然后

（2）将混合均匀的溶液减压蒸馏，过量的二甲基甲酰胺蒸发逸去，再

（3）将蒸去溶剂后的产物用 0.06 体积浓盐酸和 2 体积热水处理，处理后得到沉淀物并将沉淀物进行过滤，然后

（4）向过滤后得到的沉淀物中加入 0.3 体积的 2—丙醇和 0.04 体积的水，充分研磨，再将固体和液体分离、干燥，得到粗产品，而后

（5）向粗产品加入 8 体积二氯甲烷和 2 体积己烷的混合溶液，经快速色层分离，最终获得红色粉末状固体。

采用本发明所获得的红色荧光材料与现有技术相比，其发射峰波长更长，发射光谱更窄。图 1 所示为本发明材料在玻璃衬底上沉积成薄膜的吸收谱和光致荧光（PL）

谱。由图 1 可见，最大吸收峰处于 250nm 处，截止波长为 640nm，激发波长为 400nm，发射峰处于红色区域，峰值在 650nm，发射峰半宽极大值仅为 70nm，是作为红色显示的一个相当重要的优点。另外用本发明获得的材料作为多层 LED 器件中的激活层，可以获得高效率的电致红光发射，所获红光纯度高。器件结构层为玻璃衬底—导电玻璃—过渡层—红色荧光材料电致发光层—镁银电极，结构如图 2 所示。图 3 是不同偏压下双层器件的电致荧光谱。对于利用纯红色荧光材料作为发射层的器件，发射峰在 650nm，发射峰半宽极大值为 70nm，当红色荧光材料作为掺杂剂时，1%红色荧光材料重量比的器件，发射波长为 630nm，其发射峰半宽极大值仍为 70nm。

总之，利用本发明方法得到的红色荧光材料具有高荧光效率和良好的颜色纯度，且制备工艺简单，成本低。

图 1 是红色荧光材料在玻璃衬底上沉积成薄膜的吸收谱和光致荧光谱。图中：1、吸收谱，2、荧光谱。

图 2 是利用红色荧光材料作为激活层做成的多层 LED 器件。图中：3、镁银电极，4、红色荧光材料激活层，5、过渡层，6、导电玻璃，7、玻璃衬底。

图 3 是不同偏压下双层器件的电致荧光谱。图中：8、9V 偏压下双层器件的电致荧光谱；9、7V 偏压下双层器件的电致荧光谱。

下面结合实施例对本发明作进一步说明：

实施例 1：

将 3, 5, 5—三甲基—2—环己烯—1 (110mmol, 15.2g) 和丙二腈 (100mmol, 6.6g) 溶于二甲基甲酰胺 (50ml) 溶液中，再向溶液中加入哌啶 (1.5g)、冰醋酸 (0.3g) 和醋酸酐 (0.2g)，混合物在 80℃ 下搅拌 60 分钟，混合均匀，然后将混合物经减压蒸馏，驱除过量的二甲基甲酰胺；将所获产物用浓盐酸 (约 3ml) 和热水 (约 100ml) 处理，处理后过滤所获得的沉淀物；向沉淀物中加入 2—丙醇 (15ml) 和水 (2ml) 充分研磨，将固体和液体分离，干燥，得到粗产品，向粗产品加入体积比为 8: 2 的二氯甲烷和己烷的混合溶液，经快速色层分离，最终获得约 14g 红色粉末状固体。用本发明在玻璃衬底上沉积成薄膜的吸收谱和光致荧光谱见图 1。

实施例 2：

将 3, 5, 5—三甲基—2—环己烯—1 (220mmol, 30.4g) 和丙二腈 (200mmol, 13.2g) 溶于二甲基甲酰胺 (100ml) 中，然后加入哌啶 (3.0g)、冰醋酸 (0.6g) 和醋酐 (0.4g)，混合物在 85℃ 下搅拌 50 分钟，然后混合物经减压蒸馏，驱除过量的二甲基甲酰胺，将所获产物用浓盐酸 (约 6ml) 和热水 (约 200ml) 处理，处理后过滤；向过滤所得沉淀物中加入 2—丙醇 (30ml) 和水 (4ml)，充分研磨后，将固体和液体分离、干燥；得到粗产品，向粗产品加入体积比为 8: 2 的二氯甲烷和己烷的混合溶液，经快速色层分离，最终获得约 28g 红色粉末状固体。用本发明材料制成的双层器件，在不同偏压下的电致荧光谱见图 3。

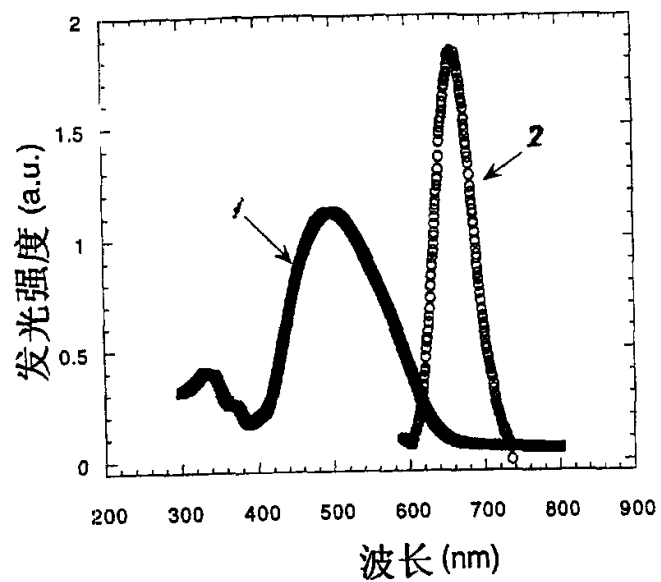


图1

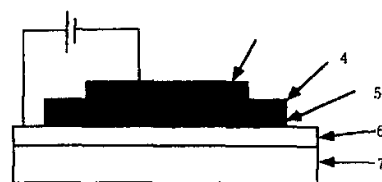


图2

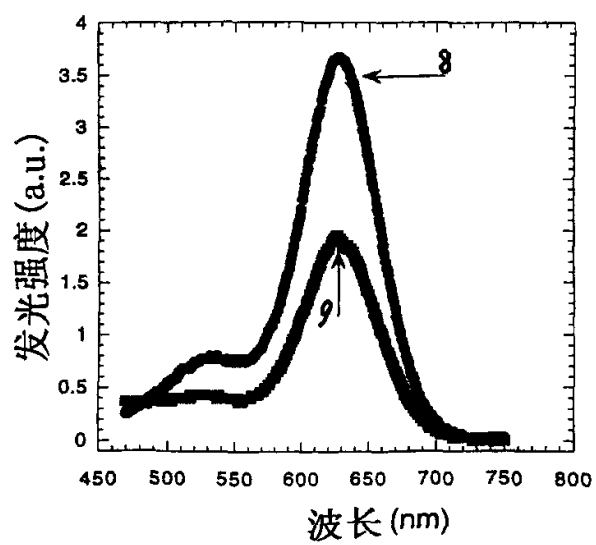


图3

专利名称(译)	一种用于电致发光器件的红色荧光材料及制备方法		
公开(公告)号	CN1283665A	公开(公告)日	2001-02-14
申请号	CN00111328.3	申请日	2000-08-31
[标]申请(专利权)人(译)	山东大学		
申请(专利权)人(译)	山东大学		
当前申请(专利权)人(译)	山东大学		
[标]发明人	陶绪堂 王继扬 邵宗书 于晓强 蒋民华		
发明人	陶绪堂 王继扬 邵宗书 于晓强 蒋民华		
IPC分类号	C09K11/06		
代理人(译)	刘旭东		
其他公开文献	CN1152111C		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

本发明属于光电子技术领域。本发明的主要内容就是利用单槽合成法得到一种具有高的荧光效率 and 良好颜色纯度的红色荧光材料。这种材料直接或以掺质形式进入Alq₃基质作为激活层,用于电致发光二极管中,可发出630nm的红光,它的基本组成为3 - 二膦甲撑 - 5,5 - 二甲基 - 1 - (4 - 二甲基胺—苯乙烯基) - 1 - 环己烯,其化学式为C₂₁H₂₃N₃,其结构式为:

