

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C09K 11/06 (2006.01)



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200510075447.6

[43] 公开日 2006 年 12 月 6 日

[11] 公开号 CN 1872946A

[22] 申请日 2005.6.1

[21] 申请号 200510075447.6

[71] 申请人 铌宝科技股份有限公司

地址 台湾省新竹县湖口乡新竹工业区光复
北路 12 号

[72] 发明人 陈鸿霖 林宪章 吴嘉栋 王清海

[74] 专利代理机构 北京中原华和知识产权代理有限公司

代理人 寿宁 张华辉

权利要求书 3 页 说明书 20 页 附图 4 页

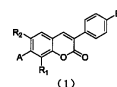
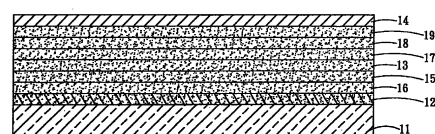
[54] 发明名称

有机发光材料及有机发光元件

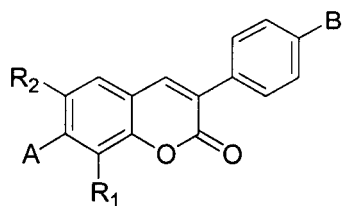
[57] 摘要

本发明为一种有机发光材料及有机发光元件，其具有如右图所示式(1)(其中，A 与 B 为电子供给基团， R_1 与 R_2 为烷基)的结构。本发明于香豆素衍生物上引入电子供给基团，可调整其发光颜色，并提升发光效率。当本发明的有机发光材料于低压高温下升华时，亦不易发生分子裂解的情形。该有机发光材料具有较高的热稳定性，可以降低生产制造时的困难性及提升产品的稳定度。

1



1. 一种有机发光材料，具有下式(1)的结构：



式(1)

5 其特征是，A 与 B 为电子供给基团，R₁ 与 R₂ 为烷基。

2. 如权利要求 1 所述的有机发光材料，其特征是，A 与 B 为个别独立的具有 1~30 个碳的取代的胺基、具有 1~30 个碳的不取代的胺基、具有 1~10 个碳的烷氧基或具有 1~30 个碳的芳香氧基。

10

3. 如权利要求 1 所述的有机发光材料，其特征是，R₁ 与 R₂ 为个别独立的碳数 1~6 个的取代的烷基或是碳数 1~6 个的不取代的烷基。

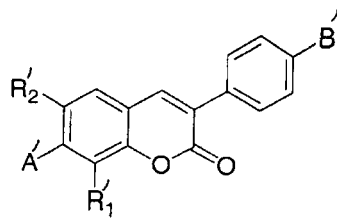
15

4. 如权利要求 1 所述的有机发光材料，其特征是，R₁ 与 A 有键结。

5. 如权利要求 1 所述的有机发光材料，其特征是，R₂ 与 A 有键结。

20

6. 一种有机发光元件，包含一第一电极、一发光层以及一第二电极依序设置于一基板上，发光层包含一有机发光材料，有机发光材料具有下式(2)的结构，



式(2)

其特征是，A'与B'为电子供给基团，R₁'与R₂'为烷基。

5 7. 如权利要求6所述的有机发光元件，其特征是，A'与B'为个别独立的具有1~30个碳的取代的胺基、具有1~30个碳的不取代的胺基、具有1~10个碳的烷氧基或具有1~30个碳的芳香氧基。

8. 如权利要求6所述的有机发光元件，其特征是，R₁'与R₂'为个别独立的碳数1~6个的取代的烷基或是碳数1~6个的不取代的烷基。

10

9. 如权利要求6所述的有机发光元件，其特征是，R₁'与A'有键结。

10. 如权利要求6所述的有机发光元件，其特征是，R₂'与A'有键结。

15

11. 如权利要求6所述的有机发光元件，其特征是，有机发光材料于发光层的含量约介于0.1wt%至25wt%之间。

20 12. 如权利要求6所述的有机发光元件，其特征是，更包含一电洞传输层，位于第一电极与发光层之间。

13. 如权利要求6所述的有机发光元件，其特征是，更包含一电洞注入层，位于第一电极与发光层之间。

14. 如权利要求 6 所述的有机发光元件，其特征是，更包含一电洞阻挡层，位于发光层与第二电极之间。

5 15. 如权利要求 6 所述的有机发光元件，其特征是，更包含一电子传输层，位于发光层与第二电极之间。

16. 如权利要求 6 所述的有机发光元件，其特征是，更包含一电子注入层，位于发光层与第二电极之间。

10

17. 如权利要求 6 所述的有机发光元件，其特征是，基板选自刚性基板、柔性基板、玻璃基板、塑料基板以及硅基板至少其中之一。

15 18. 如权利要求 6 所述的有机发光元件，其特征是，第一电极的材质选自导电的金属氧化物。

19. 如权利要求 18 所述的有机发光元件，其特征是，导电的金属氧化物的材质选自铟锡氧化物 ITO、铝锌氧化物 AZO、铟锌氧化物 IZO 及镉锡氧化物 CdSnO 至少其中之一。

20

20. 如权利要求 6 所述的有机发光元件，其特征是，第二电极的材质选自铝、钙、镁、铟、锡、锰、银、金及含镁的合金至少其中之一。

25 21. 如权利要求 20 所述的有机发光元件，其特征是，含镁的合金包括但不限于为镁银 Mg:Ag 合金、镁铟 Mg:In 合金、镁锡 Mg:Sn 合金、镁锑 Mg:Sb 合金及镁碲 Mg:Te 合金。

有机发光材料及有机发光元件

5 技术领域

本发明关于一种发光材料及发光元件，特别指一种有机发光材料及有机发光元件。

背景技术

10 有机发光元件（Organic electroluminescent device）以其自发光、无视角、省电、制程容易、成本低、高应答速度以及全彩化等优点，使有机发光元件具有极大的应用潜力，可望成为下一代的平面显示器及平面光源照明，包括特殊光源及一般照明。

15 有机发光元件包括一基板、一第一电极、一有机官能层以及一第二电极。当施以一直流电流于有机发光元件时，电洞由第一电极注入，同时电子由第二电极注入，此时，由于外加电场所造成的电位差，使得载子在有机官能层中移动、相遇而产生再结合，而由电子与电洞结合所产生的激子（exciton）能够激发有机官能层中的发光分子，然后
20 激发态的发光分子以光的形式释放出能量。于此，有机官能层可包含一电洞注入层、一电洞传输层、一发光层、一电子传输层、一电子注入层及其组合，其中，发光层的发光色度依照材料基态和激发态之间的能阶差而有所不同。电子传输层与电子注入层可由有机材料或无机材料(例如但不限于氟化锂(LiF))构成，有机发光元件可依照有机官能性材料的分子量不同分为小分子有机发光元件(small molecule OLED, SM-OLED)与高分子有机发光元件（polymer light-emitting device, PLED）两大类。
25

承上所述，有机官能层的研究已经发展了一段相当长的时间，例如：于 1966 年 W. Helfrich、Dresmer、Williams 等人成功的使 Anthracene
30

晶体发出蓝色光(J. Chen. Phys. 1966, 44, 2902); 另外, 于 1982 年 Vincett、Barlow 等人利用气相沉积法沉积多芳香环化合物以制得发光元件(Thin Solid Film, 1982, 94, 2902), 然而当时制作的发光元件其发光强度不高, 且发光效率亦低。于 1987 年, C. W. Tang 及 S. A. VanSlyke 针对有机官能层设计一双层结构, 其包括一有机薄膜层及一含有电洞或是电子传输特性的薄膜层; 此有机官能层的特性依材料基态与激发态之间的能阶差而有发光色度不同的特性。其所发出的绿光最大亮度达到 1000 cd/m^2 , 而发光效率达到 1 lm/W (Appl. Phys. Lett, 1987, 51, 913); 接着, 如 Japanese Journal of Applied Physics, 1988, 27,2 L269-L271 及 Journal of Applied Physics, 1989, 9 3610 所示, 科学家们发展出三层结构的有机官能层, 以降低有机发光元件的驱动电压及提高其亮度, 此三层结构为有机发光层、电洞传输层及电子传输层。

其中, 发光材料是有机发光元件中最重要的材料之一, 选择发光层材料至少必须满足四项要求。第一是具有高的萤光量子效率, 且发光波峰在可见光区域内, 波长范围狭窄。第二是具有良好的半导体特性, 即具有高的导电率, 能传导电子或电洞, 或是两者兼具。第三是具有良好的成膜性, 其薄膜不会产生针孔(pinhole)。第四是有良好的热稳定性, 高温蒸镀下不会裂解, 且其薄膜不易产生结晶现象。

由于大多数有机染料在固态时存在浓度淬熄的问题, 导致萤光的波峰变宽或是红位移, 所以一般将其以低浓度的方式(作为客体分子)掺杂在具有电子或电洞传输性质的主体分子中(US Pat. 4,769,292)。染料的吸收光谱与主体的发射光谱需要良好的重叠, 使能量能有效的从主体分子传递至客体分子。

在蓝光有机发光材料方面, 日本出光兴产(Idemitsu Kosan Company Limited)发表多篇 distyrylarylene (DSA)衍生物的专利, US Pat. 5,121,029、US Pat. 5,126,214、US Pat. 5,130,603、US Pat. 5,516,577、US Pat. 5,536,949、US Pat. 6,093,864 和 WO 02/20459, 但是 DSA 的衍

生物存在着亮度不足、发光效率不高、驱动电压过高、色彩纯度不高等问题。举例而言，如 US Pat. 5,130,603 所示，其利用 N,N'-diphenyl-N,N'-bis-(3-methylphenyl)-[1,1'-biphenyl]-4,4'-diamine (TPD) 做为电洞传输层，并以 2,5-bis(2,2-di-p-tolyvinyl)xylene (DTVX) 做为有机发光层，结果于 5V 电压下，其发光亮度为 300 cd/m²，发光波长为 486 nm，而在 7V 电压下，其发光亮度为 1000 cd/m²。另外，在 US Pat. 5,536,949 中，其利用 TPD 做为电洞传输层，4,4'-Bis(2,2-diphenylvinyl)biphenyl (DPVBi) 做为有机发光层，而且有机发光层中并掺杂有 4,4'-Bis[2-(4-(N,N-diphenylamino)phenyl)vinyl]biphenyl (DPAVBi)，然后以 tris(8-quinolinato-N1,08)-aluminum (AlQ₃) 做为电子传输层，结果于 8V 电压下，其发光亮度为 400 cd/m²，发光波长为 494 nm。此外在 US Pat. 6,093,864 中所显示的结果皆与上述类似。柯达(Kodak)亦揭露利用 perylene 衍生物作为蓝光有机发光材料的专利 US Pat. 5,935,721)，以 9,10-di(2-naphthyl)anthracene (DNA) 为主体，掺入 tetrakis(t-butyl)perylene (TBPe) 作为发光层，AlQ₃ 做为电子传输层，NPB 做为电洞传输层。其发光效率在 20 mA/cm² 时只有 3.2 cd/A，色坐标为(0.15, 0.23)。除此，亦有许多蓝光有机发光材料的文献报导，但其发光元件的效率仍然不高，例如 Synth. Met. 2001, 118, 193、Adv. Mater. 2001, 13, 1690、Displays, 2001, 22, 61、J. Mater. Chem. 2001, 11, 768 等文献。由此，解决蓝光有机发光材料效率低以及真空蒸镀时材料裂解等问题，为有机发光显示器当前的重要课题之一。

另外，在绿光有机发光材料方面，目前已有利用香豆素(coumarin)衍生物的例子(US Pat. 4,736,032、JP 7,166,160、US Pat. 6,020,078)，如 10-(2-benzothiazolyl)-1,1,7,7-tetramethyl-2,3,6,7-tetrahydro-1H,5H,11H-[1]benzo-pyrano[6,7,8-ij]quinolizin-11-one (C545T) 等等，因为香豆素(coumarin)衍生物具有良好的稳定性和高的量子效率。

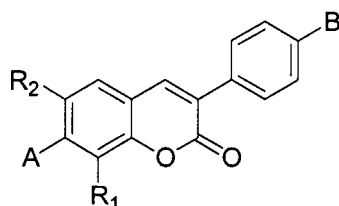
承上所述，本发明亟思一种可以解决此项课题的「有机发光材料及有机发光元件」，几经研究实验终至完成此项嘉惠世人的发明。

发明内容

本发明的目的解决有机发光材料及有机发光元件发光效率低以及真空蒸镀时会发生裂解的问题。

5

缘是，为达上述目的，依据本发明之一种有机发光材料，具有下式(1)的结构：

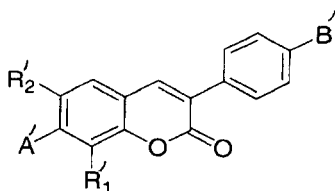


式(1)

10

其中，A 与 B 为电子供给基团，R₁ 与 R₂ 为烷基。

为达上述目的，依据本发明之一种有机发光元件，包含一第一电极、一发光层以及一第二电极依序设置于一基板上，发光层包含一有机发光材料，有机发光材料具有下式(2)的结构，



15

式(2)

其中，A' 与 B' 为电子供给基团，R₁' 与 R₂' 为烷基。

20

承上所述，本发明的有机发光材料具有如上述式(1)、式(2)中所示的化合物，此化合物为香豆素(coumarin)的衍生物，此类型的香豆素的衍生物具有良好的热稳定性和高的量子效率。同时，本发明于香豆素衍生物上引入电子供给基团(electron donating group)，可调整其发光颜色，并提升发光效率。另外，当本发明的有机发光材料于低压高

温下升华时，亦不易发生分子裂解的情形，亦即，本发明的有机发光材料具有较高的热稳定性，可以降低生产制造时的困难性及提升产品的稳定度。综上所述，本发明的有机发光材料与有机发光元件除了能够有效地增加发光效率以及热稳定性之外，同时亦可增加使用寿命与生产的稳定性。

附图说明

图 1 为本发明第二实施例的有机发光元件的一示意图；
图 2 为本发明的有机发光元件的 EL 光谱量测坐标图；
图 3 为本发明的有机发光元件的电流-亮度量测坐标图；以及
图 4 为本发明的有机发光元件的电流-效率量测坐标图。

元件符号说明：

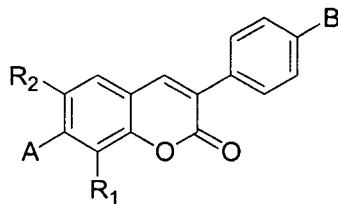
1 有机发光元件
11 基板
12 第一电极
13 发光层
14 第二电极
15 电洞传输层
16 电洞注入层
17 电洞阻挡层
18 电子传输层
19 电子注入层

具体实施方式

以下将参照相关附图，说明依据本发明较佳实施例的有机发光材料及有机发光元件。

第一实施例

依据本发明第一实施例的有机发光材料，具有下式(1)的结构：



式(1)

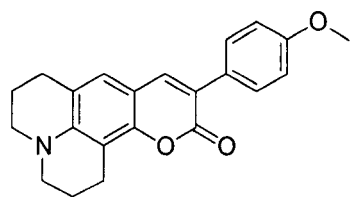
其中, A 与 B 为电子供给基团, R₁ 与 R₂ 为烷基。

5 于此, A 与 B 为个别独立的具有 1~30 个碳的取代的胺基 (substituted amino group)、具有 1~30 个碳的不取代的胺基 (non-substituted amino group)、具有 1~10 个碳的烷氧基 (alkoxy group) 或具有 1~30 个碳的芳香氧基 (aroxy group)。

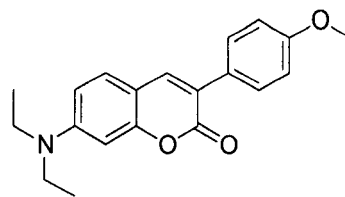
10 再者, R₁ 与 R₂ 为个别独立的碳数 1~6 个的取代的烷基或是碳数 1~6 个的不取代的烷基。

另外, R₁ 可与 A 键结。当然, R₂ 亦可与 A 键结。

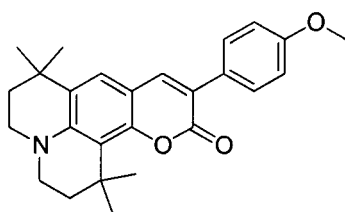
15 举例而言, 依据本实施例的有机发光材料可以是但不限定为具有下列的结构式的化合物:



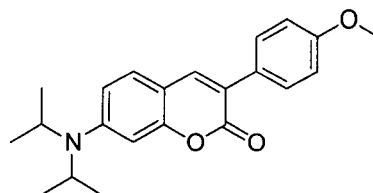
て 畑1



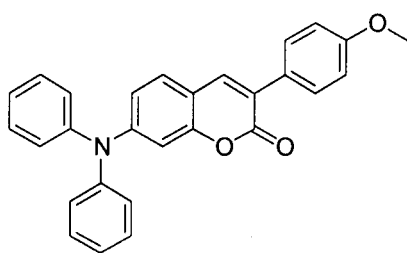
て 畑2



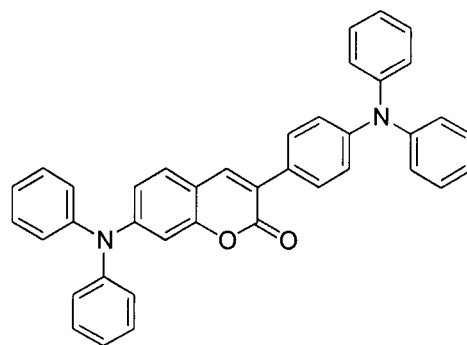
て 畑3



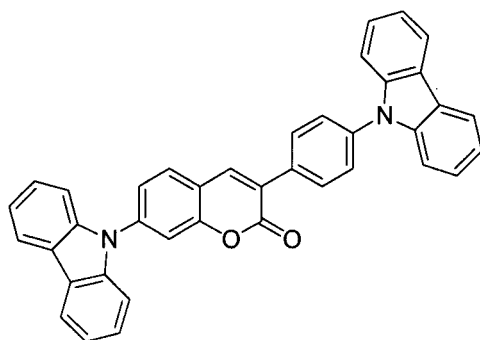
て 畑4



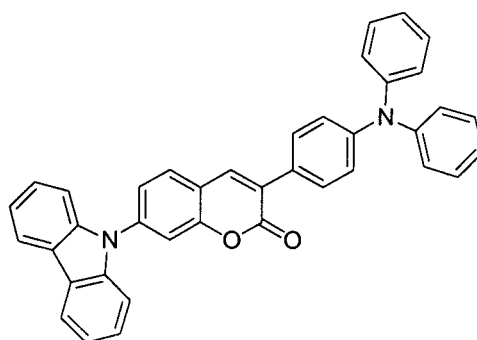
て 畑5



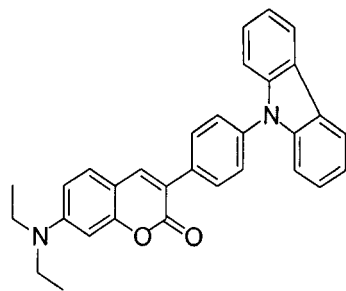
て 畑6



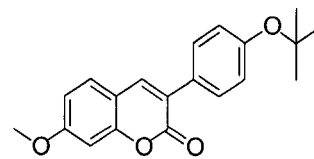
て 畑7



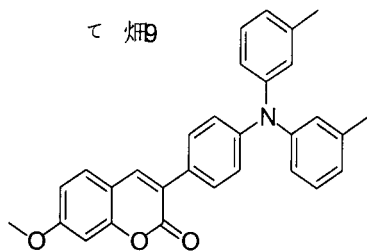
て 畑8



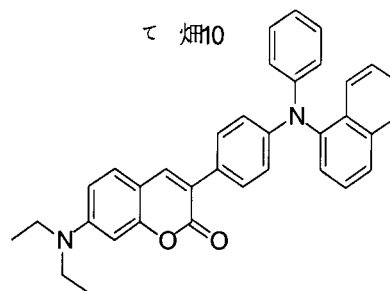
て 畑9



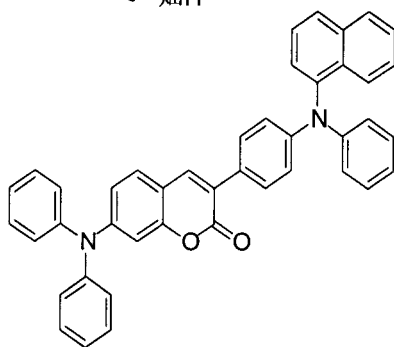
て 畑10



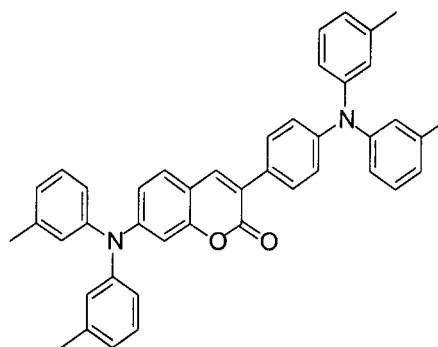
て 畑11



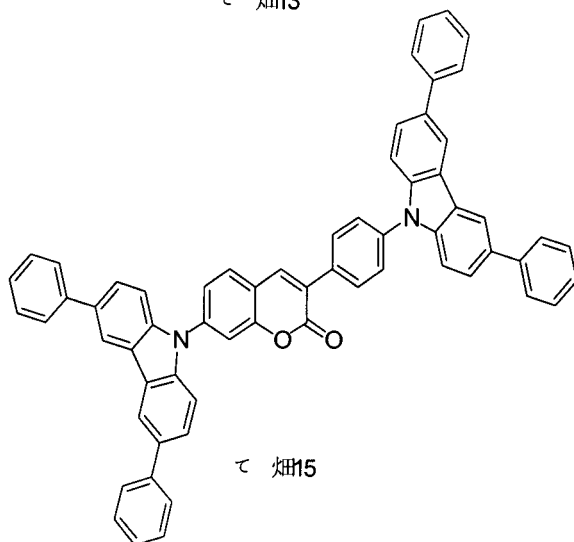
て 畑12



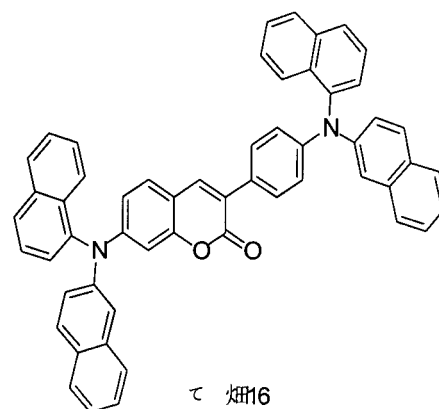
て 畑13



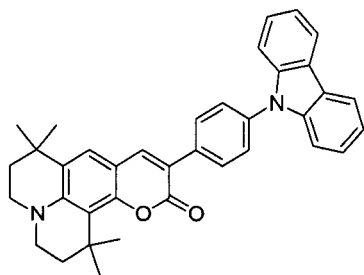
て 畑14



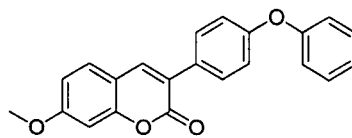
て 畑15



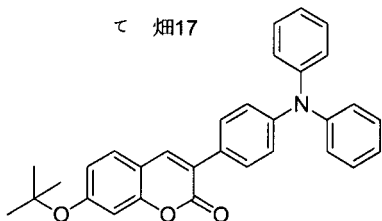
て 畑16



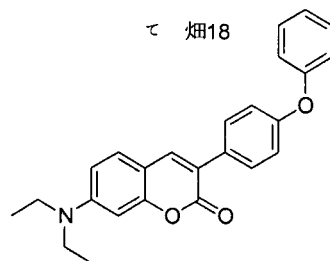
化合物 17



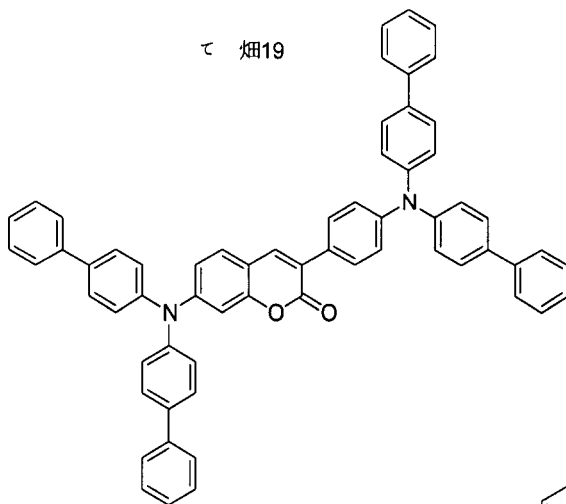
化合物 18



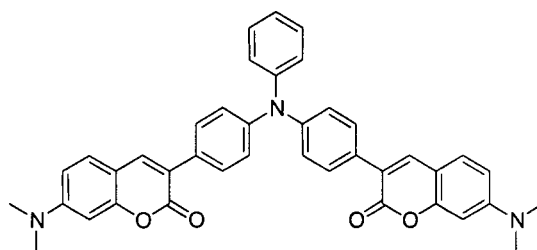
化合物 19



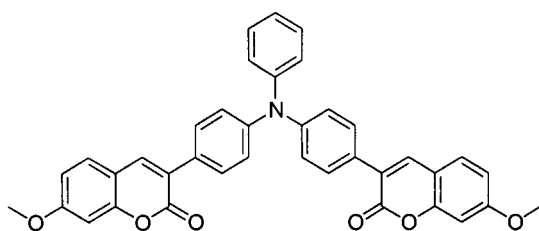
化合物 20



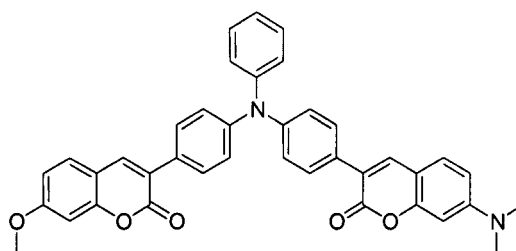
化合物 21



化合物 22



化合物 23

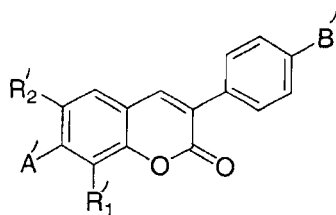


化合物 24

第二实施例

如图 1 所示, 依据本发明第二实施例的有机发光元件 1, 包含一
 第一电极 12、一发光层 13 以及一第二电极 14 依序设置于一基板 11
 上, 发光层 13 包含一有机发光材料, 有机发光材料具有下式(2)的结

构,



式(2)

其中, A'与 B'为电子供给基团, R₁'与 R₂'为烷基。

5

于此, A'与 B'为个别独立的具有 1~30 个碳的取代的胺基 (substituted amino group)、具有 1~30 个碳的不取代的胺基 (non-substituted amino group)、具有 1~10 个碳的烷氧基 (alkoxy group) 或具有 1~30 个碳的芳香氧基 (aroxy group)。

10

再者, R₁'与 R₂'为个别独立的碳数 1~6 个的取代的烷基或是碳数 1~6 个的不取代的烷基。

另外, R₁'可与 A'键结。当然, R₂'亦可与 A'键结。

15

于本实施例中, 基板 11 可以是柔性 (flexible) 基板或是刚性 (rigid) 基板。同时, 基板 11 亦可以是塑料 (plastic) 基板或是玻璃基板。其中, 柔性基板与塑料基板可为聚碳酸酯 (polycarbonate, PC) 基板、聚酯 (polyester, PET) 基板、环烯共聚物 (cyclic olefin copolymer, COC) 基板或环烯共聚物 (metallocene-based cyclic olefin copolymer, mCOC) 基板。另外, 基板 11 亦可以是硅基板。

20

第一电极 12 利用溅镀 (sputtering) 方式或是离子电镀 (ion plating) 方式形成于基板 11 上。在此, 第一电极 12 通常作为阳极且其材质通

常为一透明的可导电的金属氧化物，例如铟锡氧化物（ITO）、铝锌氧化物（AZO）、铟锌氧化物（IZO）或是镉锡氧化物(CdSnO)。

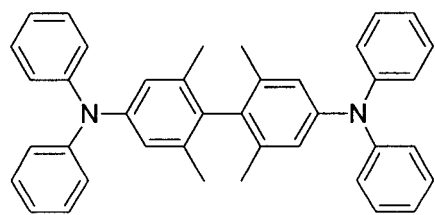
于本实施例中，发光层 13 利用但不限定为真空蒸镀法 (evaporation)、分子线蒸镀法(MBE)、沉浸法、旋转涂布法(spin coating)、铸造法(casting)、条形码法(bar coding)、滚筒涂布法(roll coating)、印刷法(printing)、喷墨印刷法(ink jet printing)及移转法(transfer)等形成于第一电极 12 之上。于此，有机发光材料于发光层 13 的含量约介于 0.1 wt%至 25 wt%之间。

另外，第二电极 14 设置于发光层 13 上。于此，第二电极 14 使用蒸镀或是溅镀（sputtering）等方法形成于发光层 13 上。另外，第二电极 14 的材质可选自但不限定为铝(Al)、钙(Ca)、镁(Mg)、铟(In)、锡(Sn)、锰(Mn)、银(Ag)、金(Au)及含镁的合金(例如镁银(Mg:Ag)合金、镁铟(Mg:In)合金、镁锡(Mg:Sn)合金、镁锑(Mg:Sb)合金及镁碲(Mg:Te)合金等)。

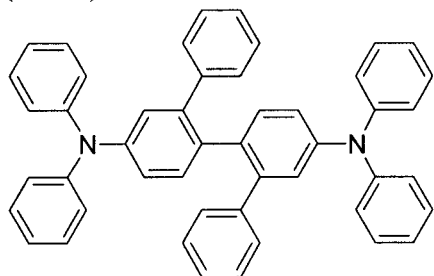
当然，有机发光元件 1 亦可包含一电洞传输层 15，其位于第一电极 12 与发光层 13 之间。于此，电洞传输层 15 可利用蒸镀、旋转涂布、喷墨印刷、移转或是印刷等方式形成。

当然，有机发光元件 1 亦可包含一电洞注入层 16，其位于第一电极 12 与发光层 13 之间。于此，电洞注入层 16 可利用蒸镀、旋转涂布、喷墨印刷、移转或是印刷等方式形成。

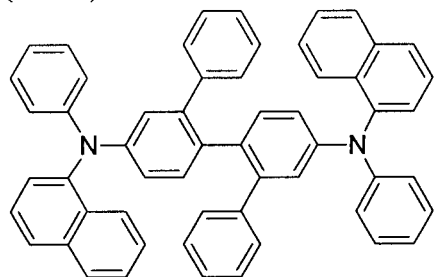
于本实施例中，电洞传输层 15 与电洞注入层 16 的材料可以由任何一种三苯基胺材料所组成的，如下列 H-13 到 H-16 为例，但不以此为限。



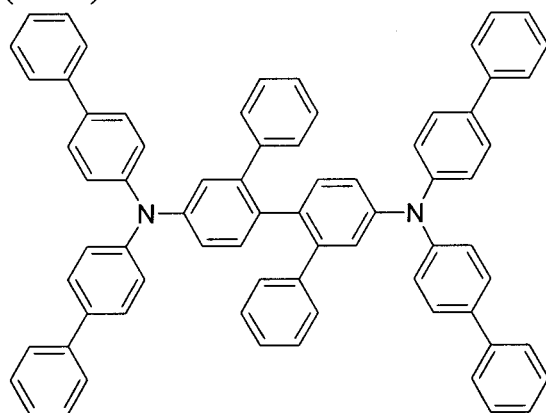
(H-13)



(H-14)



(H-15)



(H-16)

5

10

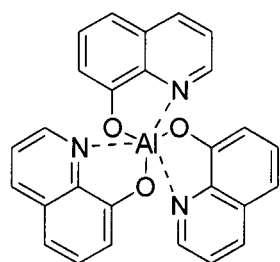
当然，有机发光元件 1 亦可包含一电洞阻挡层 17，其位于发光层 13 与第二电极 14 之间。在此，电洞阻挡层 17 的材料具有阻挡电洞传递的功能，但是 HOMO (I_p)值必须比发光层 13 要高。于此，电洞阻挡层 17 可利用蒸镀、旋转涂布、喷墨印刷、移转或是印刷等方式形成。

15

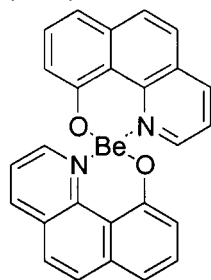
当然，有机发光元件 1 亦可包含一电子传输层 18，其位于发光

层 13 与第二电极 14 之间。于此，电子传输层 18 可利用蒸镀、旋转涂布、喷墨印刷、移转或是印刷等方式形成。

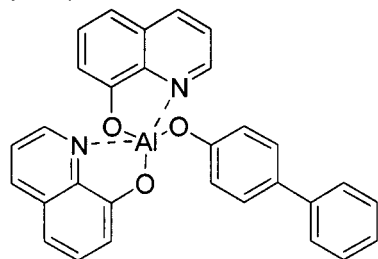
于此，一般常用的电洞阻挡层 17 与电子传输层 18 的材料如下列 E-1 至 E-7 为例，但不以下列材料为限。



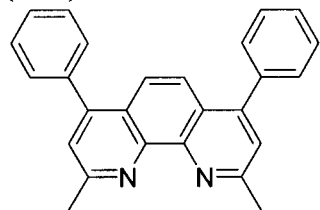
(E-1)



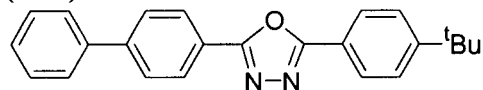
(E-2)



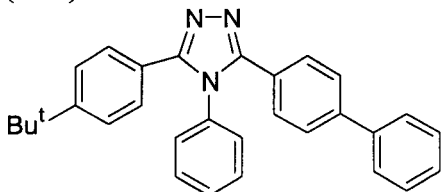
(E-3)



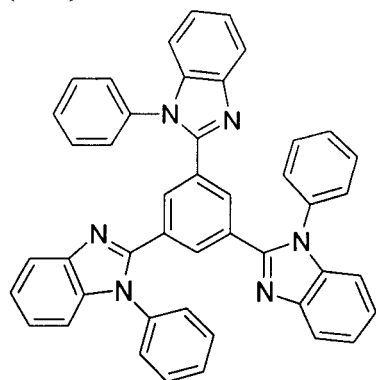
(E-4)



(E-5)



(E-6)



(E-7)

5 当然，有机发光元件 1 亦可包含一电子注入层 19，其位于发光层 13 与第二电极 14 之间。

于本实施例中，电洞注入层 16、电洞传输层 15、发光层 13、电洞阻挡层 17、电子传输层 18 以及电子注入层 19 总称为有机官能层。

10

承上所述，有机官能层通常为层以上的沉积构造，以下列举数种位于第一电极与第二电极之间的有机官能层的沉积构造：

(1)第一电极/电洞传输层/发光层/电子传输层/第二电极；

15

(2)第一电极/电洞传输层/发光层/电子传输层/电子注入层/第二电极；

(3)第一电极/电洞传输层/发光层/电洞阻挡层/电子传输层/电子注入层/第二电极；

(4)第一电极/电洞注入层/电洞传输层/发光层/电洞阻挡层/电子传输层/电子注入层/第二电极；

20

(5)第一电极/电洞注入层/电洞传输层/发光层/电子传输层/电子注入层/第二电极；

(6)第一电极/电洞注入层/发光层/电子传输层/电子注入层/第二电极；

25

(7)第一电极/电洞注入层/发光层/电洞阻挡层/电子传输层/电子注入层/第二电极；

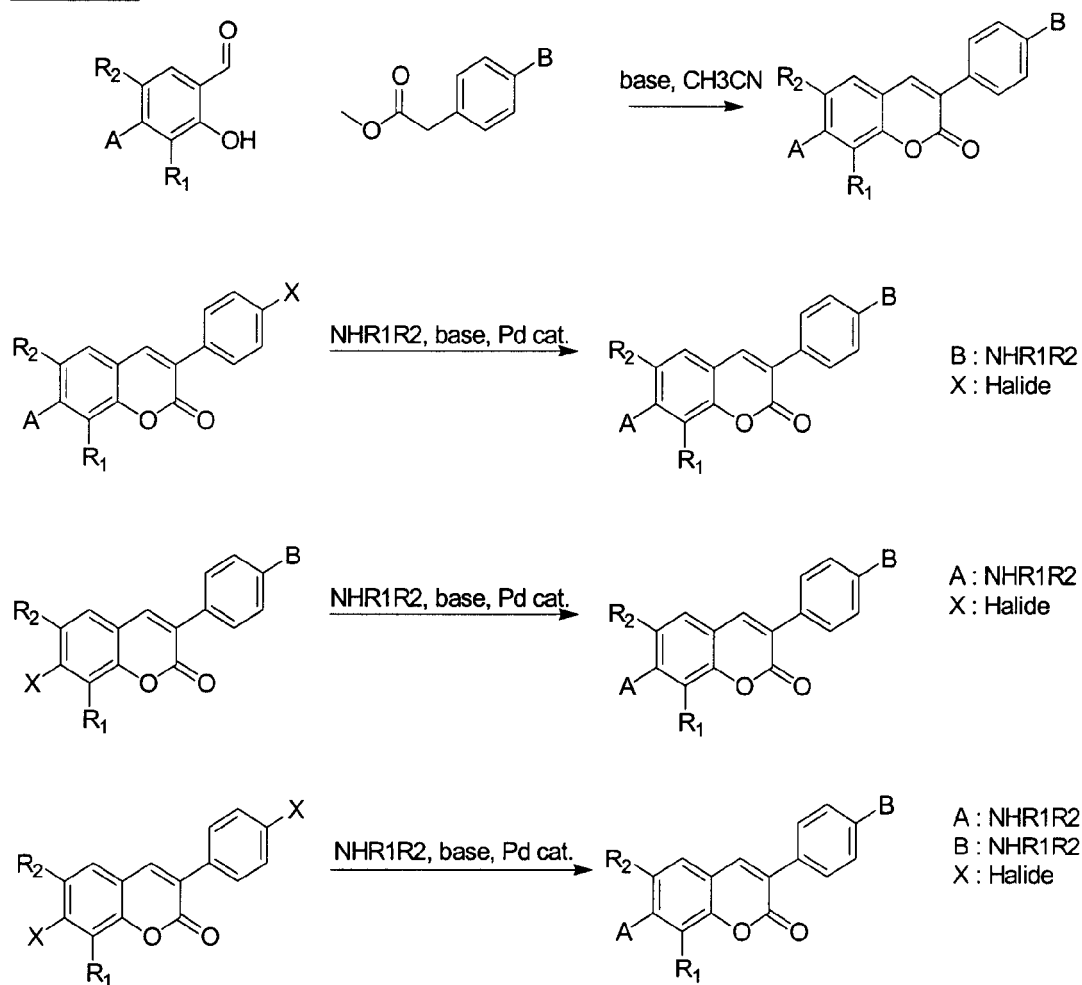
(8)第一电极/发光层/电子传输层/电子注入层/第二电极；

(9)第一电极/发光层/电洞阻挡层/电子传输层/电子注入层/第二电极；

为使上述实施例的内容更容易理解，以下将举数个实验例，说明有机发光材料的合成方法及有机发光元件的制造流程。

5

实验例 1



化合物 2:

7-Diethylamino-3-(4-methoxy-phenyl)-chromen-2-one

取化合物 4-Diethylamino-2-hydroxy-benzaldehyde (2.000 g, 10.35 mmol)、(4-Methoxy-phenyl)-acetic acid methyl ester (1.864 g, 10.35 mmol) 以及 Piperidine (0.881 g, 10.35 mmol) 放入双颈瓶中，于双颈瓶的一端通入氮气，另一端以血清塞封住。接着，注入乙腈 (20.0 ml)，并以磁石搅拌子搅拌，加热回流 24 小时。回温后，加入冰水淬熄反

15

应。接着，用乙酸乙酯萃取，收集有机层，以无水硫酸镁干燥，再用真空回旋浓缩器除去溶剂。以硅胶管柱层析分离纯化（冲提剂：乙酸乙酯/正己烷 = 0.2），得黄色固体（0.531 g），产率 17%。光谱数据如下：

5 mp 111.8 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃) δ 1.20 (t, J = 7.2 Hz, 6H), 3.41 (q, J = 7.2 Hz, 4H), 3.80 (s, 3H), 6.50 (d, J = 2.0 Hz, 1H), 6.58 (dd, J = 6.8, 2.0 Hz, 1H), 7.29 (d, J = 8.8 Hz, 1H), 7.50 (d, J = 8.8 Hz, 2H), 7.56 (d, J = 8.0 Hz, 2H), 7.67 (s, 1H)

10 实验例 2

化合物 11:

3-[4-(Di-m-tolyl-amino)-phenyl]-7-methoxy-chromen-2-one

15 取化合物 3-(4-Bromo-phenyl)-7-methoxy-chromen-2-one (2.000 g, 6.04 mmol)、Di-m-tolyl-amine (1.251 g, 9.67 mmol)、t-BuOK (0.847 g, 7.55 mmol)、t-Bu₃P (0.049 g, 0.242 mmol) 以及 Pd₂dba₃ (0.053 g, 0.060 mmol) 放入双颈瓶中，于双颈瓶的一端通入氮气，另一端以血清塞封住。注入甲苯 (12.0 ml)，并以磁石搅拌子搅拌。加热回流 20 小时后，加入甲醇淬熄反应。抽气过滤，收集黄色固体。以硅胶管柱层析分离纯化（冲提剂：乙酸乙酯/正己烷 = 0.2），得黄色固体 (1.810 g)，产率 70%。光谱数据如下：

20 mp 151.3 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃) δ 2.26 (s, 6H), 3.85 (s, 3H), 6.83~6.88 (m, 4H), 6.90 (d, J = 7.2 Hz, 2H), 6.94 (s, 2H), 7.05 (d, J = 6.8 Hz, 2H), 7.14 (t, J = 6.8 Hz, 2H), 7.40 (d, J = 8.8 Hz, 1H), 7.55 (d, J = 8.4 Hz, 2H), 7.71 (s, 1H)

25 实验例 3

化合物 12:

7-Diethylamino-3-[4-(naphthalen-1-yl-phenyl-amino)-phenyl]-chromen-2-one

30 取化合物 3-(4-Bromo-phenyl)-7-diethylamino-chromen-2-one (3.000

g, 8.06 mmol)、Naphthalen-1-yl-phenyl-amine (2.121 g, 9.67 mmol)、t-BuOK (1.357 g, 12.09 mmol)、t-Bu₃P (0.163 g, 0.81 mmol) 以及 Pd₂dba₃ (0.185 g, 0.20 mmol) 放入双颈瓶 (25 ml) 中, 于双颈瓶的一端通入氮气, 另一端以血清塞封住。注入甲苯 (16.0 ml), 以磁石搅拌子搅拌。加热回流 3 小时后, 加入甲醇淬熄反应。抽气过滤, 收集黄色固体。以硅胶管柱层析分离纯化 (冲提剂: 乙酸乙酯/正己烷 = 0.2), 得黄色固体 (2.910 g), 产率 71%。光谱数据如下:

mp 201.1 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃) δ 1.20 (t, J = 7.2 Hz, 6H), 3.40 (q, J = 7.2 Hz, 4H), 6.51 (s, 1H), 6.56 (dd, J = 6.4, 2.4 Hz, 1H), 6.93 (t, J = 7.2 Hz, 1H), 7.00 (d, J = 8.8 Hz, 2H), 7.06 (d, J = 8.4 Hz, 2H), 7.19 (t, J = 8.8 Hz, 2H), 7.28 (d, J = 8.0 Hz, 1H), 7.34 (t, J = 8.4 Hz, 2H), 7.44 (t, J = 7.6 Hz, 2H), 7.51 (d, J = 6.8 Hz, 2H), 7.61 (s, 1H), 7.76 (d, J = 8.4 Hz, 1H), 7.86 (d, J = 8 Hz, 1H), 7.92 (d, J = 8 Hz, 1H)

实验例 4

化合物 14:

7-(Di-m-tolyl-amino)-3-[4-(di-m-tolyl-amino)-phenyl]-chromen-2-one

取化合物 3-(4-Bromo-phenyl)-7-iodo-chromen-2-one (1.400 g, 3.28 mmol)、Di-m-tolyl-amine (1.358 g, 6.88 mmol)、t-BuOK (0.920 g, 8.20 mmol)、t-Bu₃P (0.027 g, 0.131 mmol) 以及 Pd₂dba₃ (0.030 g, 0.328 mmol) 放入双颈瓶中, 于双颈瓶的一端通入氮气, 另一端以血清塞封住。注入甲苯 (6.5 ml), 以磁石搅拌子搅拌。加热回流 4 小时后, 加入甲醇淬熄反应。抽气过滤, 收集黄色固体。以硅胶管柱层析分离纯化 (冲提剂: 乙酸乙酯/正己烷 = 0.2), 得黄色固体 (1.180 g), 产率 59%。光谱数据如下:

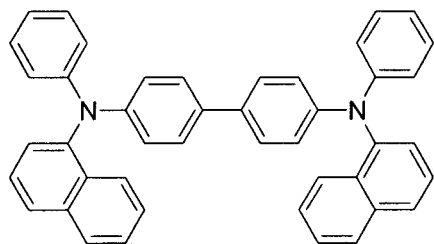
mp 216.8 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃) δ 2.25 (s, 6H), 2.29 (s, 6H), 6.83 (t, J = 8.0 Hz, 4H), 6.89 (d, J = 8.0 Hz, 2H), 6.91~7.00 (m, 7H), 7.04 (d, J = 8.8 Hz, 2H), 7.13 (t, J = 8.4 Hz, 2H), 7.16~7.22 (m, 4H), 7.53 (d, J = 8.0 Hz, 2H), 7.67 (s, 1H)

实验例 5

本实验例说明依本发明较佳实施例的有机发光元件的制造流程。

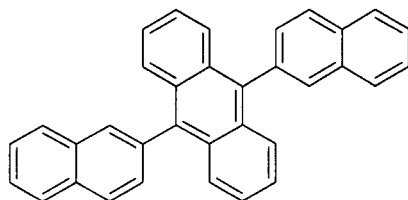
- 5 首先，提供一个 100mm x 100mm 的玻璃基板，然后于此玻璃基板上镀上 150 nm 厚度的氧化铟锡，并经由黄光蚀刻形成 10mm x 10mm 发光区域的图样后，在真空度 10^{-5} Pa 下进行真空蒸镀，先镀上 35 nm 厚度的电洞传输材料，此电洞传输材料为 NPB(N,N'-diphenyl-N,N'-bis-(1-naphthalenyl)-[1,1'-biphenyl]-4,4'-diamine)，其结构如下所示，
10 电洞传输材料的蒸镀速率维持在 0.2 nm/sec。

NPB:



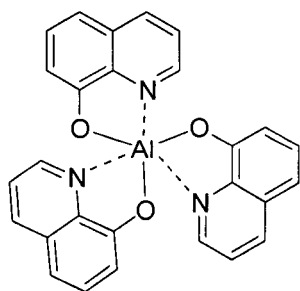
- 15 接着，再同时镀上 DNA(9,10-Di-naphthalen-2-yl-anthracene) (其结构如下所示)与有机发光材料(如上述化合物 7)以作为一发光层，DNA 与化合物 7(重量比例为 100:2.5)，其厚度为 45 nm，蒸镀速率维持在 0.2 nm/sec。

DNA:



然后，再镀上 AlQ3 (tris(8-quinolino)aluminum)，其结构如下所示，其做为电子传输层，其厚度为 20 nm，蒸镀速率是 0.2 nm/sec。

AlQ3:



最后，以 LiF(1.2nm)及 Al(150nm)为材料镀于上述的电子传输层上，以做为阴极。如此，依本发明较佳实施例的有机发光元件便制作完成。

而针对所制得的有机发光元件的发光特性量测是利用直流 (DC) 电压来驱动有机发光元件，并利用 Keithly 2000 量测，结果显示发光颜色为蓝色。此外，有机发光元件的 EL 光谱量测利用 Otsuka Electronic Co.的光谱仪，并使用 photodiode array 当作为侦测器，所测得的光谱图形如图 2 所示，其显示发光波长在 460 nm，而有机发光元件的电流-亮度值如图 3 所示，其电流-效率值(I-E)如图 4 所示，因此，当施加电流密度 12.0 mA/cm² 给所制得的有机发光元件时，可以得到亮度 532 cd/m²、发光效率 4.3 cd/A，色坐标 C.I.E.=(0.16, 0.23)。

实验例 6

当有机发光元件利用 DNA 与化合物 9 (重量比例为 100:4) 作为发光层的材料，所测得的光谱图形如图 2 所示，其显示发光波长在 472 nm，而有机发光元件的电流-亮度值(I-B)如图 3 所示，其电流-效率值(I-E)如图 4 所示。当施加电流密度 11.5 mA/cm² 给所制得的有机发光元件时，可以得到亮度 1355 cd/m²、发光效率 11.8 cd/A，色坐标 C.I.E.=(0.17, 0.31)。

实验例 7

当有机发光元件利用 DNA 与化合物 12 (重量比例为 100:2.5) 作

为发光层的材料，所测得的光谱图形如图 2 所示，其显示发光波长在 496 nm，而有机发光元件的电流-亮度值(I-B)如图 3 所示，其电流-效率值(I-E)如图 4 所示。当施加电流密度 13.1 mA/cm² 给所制得的有机发光元件时，可以得到亮度 1315 cd/m²、发光效率 10.0 cd/A，色坐标 C.I.E.=(0.19, 0.41)。

由上述的结果可以清楚了解，式(1)与式(2)的有机发光材料可作为蓝光有机发光材料。除此之外，利用式(1)与式(2)的有机发光材料所制得的有机发光元件具有良好的发光效率。

承上所述，本发明的有机发光材料具有如上述式(1)、式(2)中所示的一化合物，此化合物为香豆素(coumarin)的衍生物，此类型的香豆素的衍生物具有良好的热稳定性和高的量子效率。同时，本发明于香豆素衍生物上引入电子供给基团，可调整其发光颜色，并提升发光效率。另外，当本发明的有机发光材料于低压高温下升华时，亦不易发生分子裂解的情形，亦即，本发明的有机发光材料具有较高的热稳定性，可以降低生产制造时的困难性及提升产品的稳定度。综上所述，本发明的有机发光材料与有机发光元件除了能够有效地增加发光效率以及热稳定性之外，同时亦可增加使用寿命与生产的稳定性。

以上所述仅为举例性，而非为限制性者。任何未脱离本发明的精神与范畴，而对其进行的等效修改或变更，均应包含于后附的申请专利范围中。

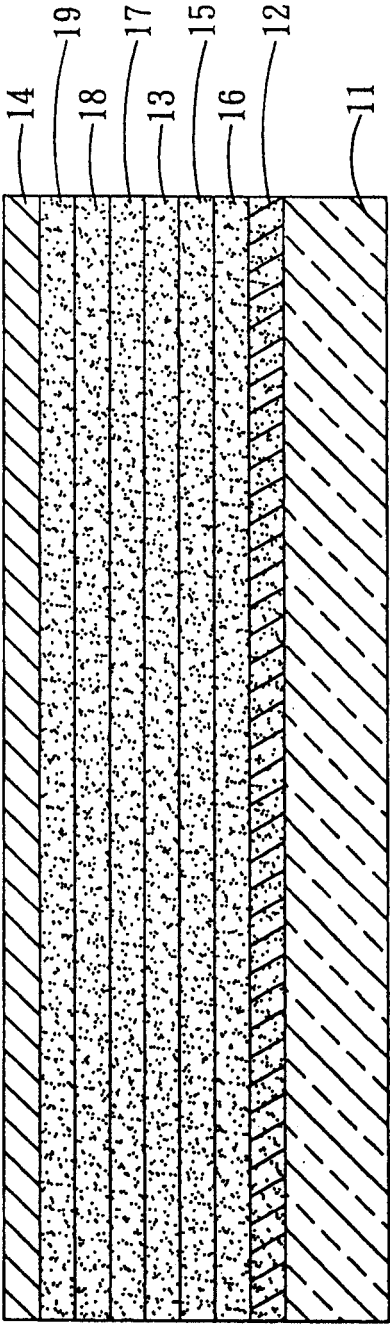


图1

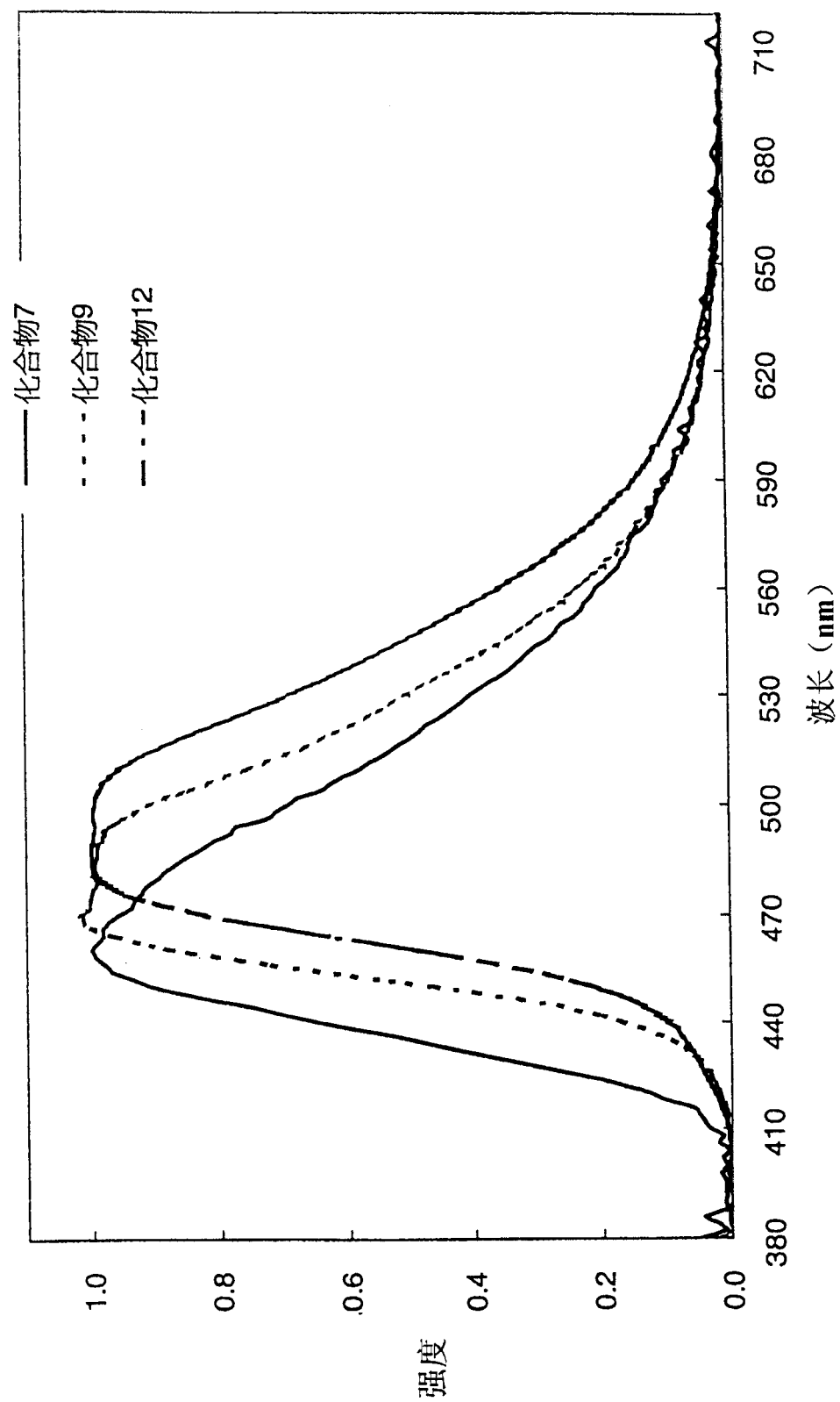


图2

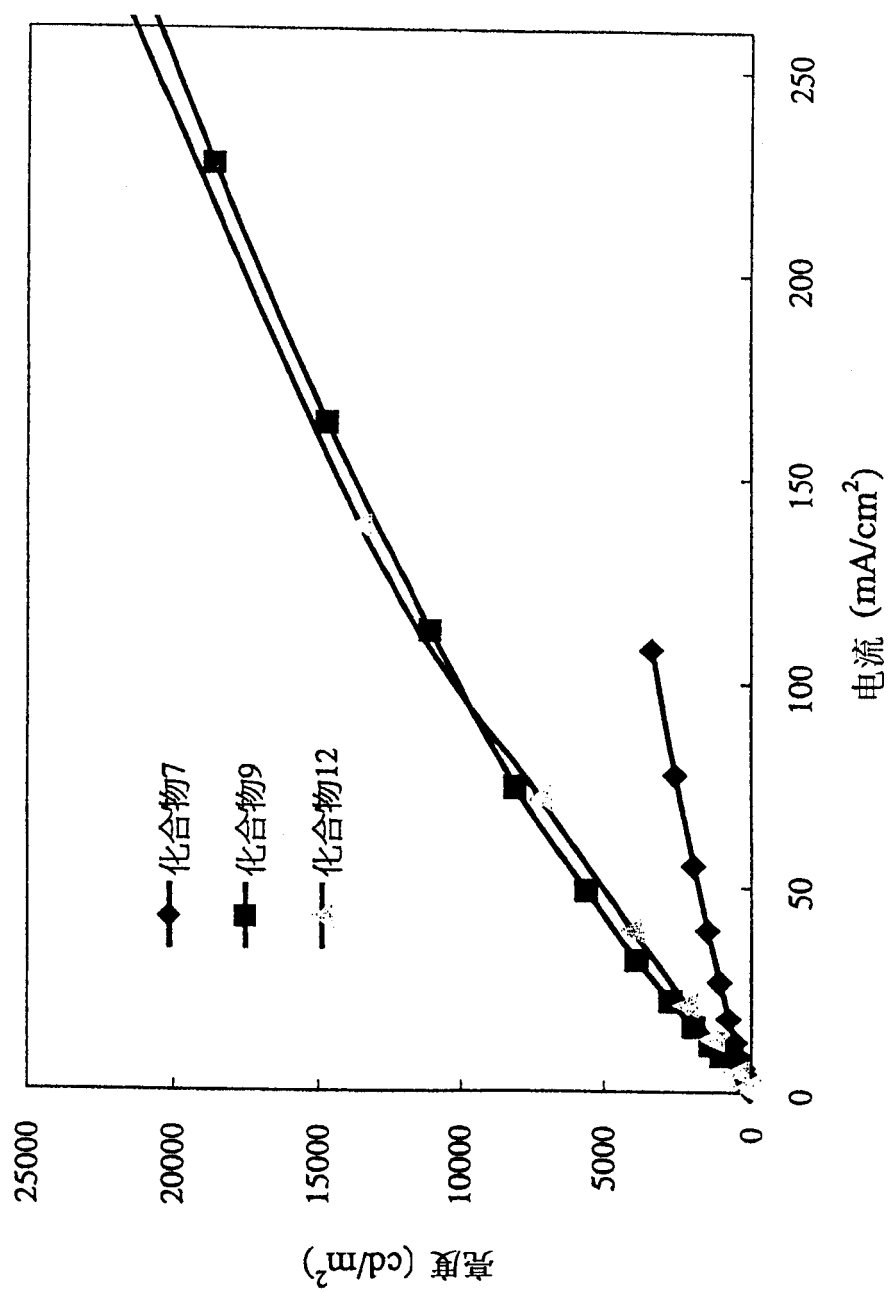


图3

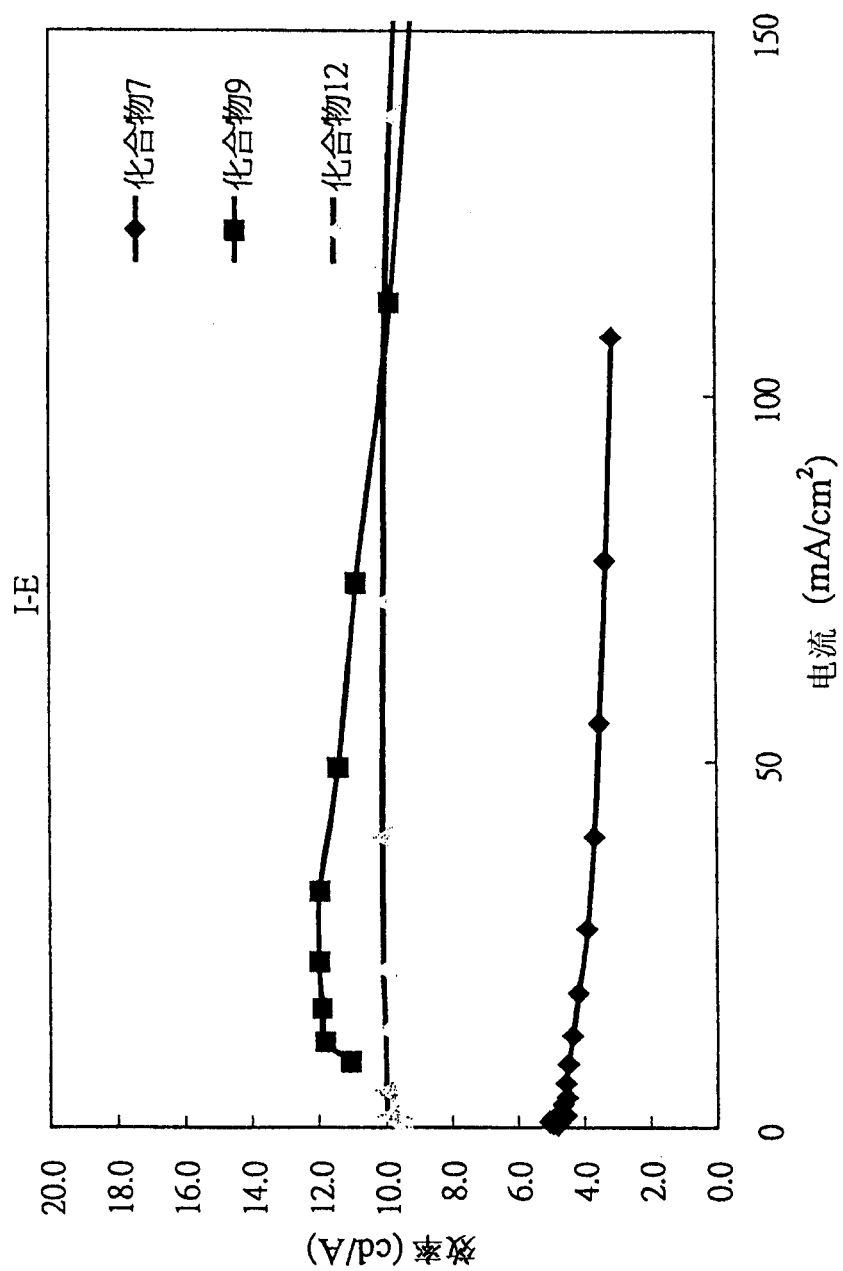


图4

专利名称(译)	有机发光材料及有机发光元件		
公开(公告)号	CN1872946A	公开(公告)日	2006-12-06
申请号	CN200510075447.6	申请日	2005-06-01
[标]申请(专利权)人(译)	铄宝科技股份有限公司		
申请(专利权)人(译)	铄宝科技股份有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	铄宝科技股份有限公司		
[标]发明人	陈鸿霖 林宪章 吴嘉栋 王清海		
发明人	陈鸿霖 林宪章 吴嘉栋 王清海		
IPC分类号	C09K11/06		
代理人(译)	寿宁 张华辉		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

本发明为一种有机发光材料及有机发光元件，其具有如右图所示式(1)(其中，A与B为电子供给基团，R1与R2为烷基)的结构。本发明于香豆素衍生物上引入电子供给基团，可调整其发光颜色，并提升发光效率。当本发明的有机发光材料于低压高温下升华时，亦不易发生分子裂解的情形。该有机发光材料具有较高的热稳定性，可以降低生产制造时的困难性及提升产品的稳定度。

