

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl⁶

H01L 33/00



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 96118926.6

[43]公开日 1998年7月8日

[11] 公开号 CN 1187044A

[22]申请日 96.12.30

[71]申请人 中国科学院长春应用化学研究所
地址 130022吉林省长春市人民大街159号

[72]发明人 张洪杰 孙润光 杨魁跃 倪嘉绩

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 单层薄膜电致发光器件的制备

[57]摘要

本发明属于单层薄膜电致发光器件的制备。

本发明是提供一种单层电致发光器件的制备方法，首先选择高效荧光物质氯化甲基三脂肪胺、二苯甲酰甲烷与铕组成的三元配合物作为发射物质，选择聚乙烯基咔唑作为基质和空穴输运物质，选择2-(4-联苯)-5-(4-叔丁基苯基)-噁二唑为电子输运物质采用旋涂制膜工艺，制作成单层薄膜电致发光器件，电池构型为ITO/PVK；铕的配合物：PBD/Mg(Ag)，在15V直流电压驱动下得到80cd/m²亮度的红光，器件色纯度好、稳定性高，性能可靠。

(BJ)第 1456 号

权利要求书

1. 一种单层薄膜电致发光器件的制备方法, 其特征在于把聚乙烯基吡啶、铕的配合物和2-(4-联苯)-5-(4叔丁基苯基)-噻二唑溶解在二氯乙烷中, 其重量百分比为: 聚乙烯基吡啶: 氯化甲基三脂肪胺、二苯甲酰甲烷铕配合物: 2-(4-联苯)-5-(4叔丁基苯基)-噻二唑=(30-60):(0.5-5):(30-80), 把该溶液旋涂在镀有 $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}_2\text{O}_3$ (简称ITO)层的玻璃基片上, ITO玻璃片电阻为20-50欧姆, 在镀膜之前用丙酮、乙醇清洗, 用超声波脱水去污并在80-100℃下干燥, 当旋涂速度在3000-1000转/分变化时, 薄膜的厚度从100-300 nm之间变化, 镀膜后, 在50℃下干燥10分钟, 作为双电极的镁电极厚20 nm, 银150 nm它们分别在 3×10^{-5} Pa真空下沉积在薄膜上, 发光区是直径为2-5 mm的方块, 电池构型为ITO/PVK: 铕配合物: PBD/Mg(Ag), 在15伏特直流电压下驱动时, 得80cd/m²亮度的红光发射。

说明书

单层薄膜电致发光器件的制备

本发明属于单层薄膜电致发光器件的制备。

有机薄膜电致发光器件的研究是目前国际上前沿研究的热点。因其驱动电压低, 制备工艺简单可制成大面积等优点, 使其在平板显示和显像领域具有巨大的应用前景。但是, 大多数有机小分子和聚合物材料制作的电致发光器件的发射光谱谱带很宽, 半高宽一般在100-200 nm之间, 色纯度不好, 不利于显示和显像, 尤其是红光发射器件的研究比蓝光和绿光器件少的多。某些稀土有机配合物具有发光效率高、亮度大、单色性好和稳定性强等特点适于作电致发光器件中发射物质, 引起科学家们的极大重视。可以预见稀土配合物电致发光器件在显示和显像领域中具有广阔的应用前景。

1991年日本的 Kido等人首次把铕配合物引入电致发光器件中, 他们使用 α -噻吩基三氟丙酮铕配合物做成双层结构。在18V的直流电压驱动下, 得到0.3cd/m²的亮度。1994年Tsutsui等人制备了稀土配合物双层电致发光器件, 在16V的直流电压驱动下其亮度为30cd/m²。1994年 Kido等人, 又设计了稀土二元配合物与八羟基喹啉铝组成三层结构, 在16V直流电压驱动下得到高达460cd/m²的发光亮度。国内, 孙刚等人, 1996年报导用铽乙酰丙酮邻二氟菲组成双层结构器件, 在15V直流电压驱动下可获得亮度为210cd/m², 但单色性不太好存在430 nm的蓝光发射。直到目前为止所有的铕配合物作为电致发光二极管都是多层结构。多层结构在实际应用中存在二个缺点。第一, 制造困难, 尤其根据需要制备一个腔的电致发光电池更难。很难使多层膜厚度佳化达到亮度和很好的匹配形成腔体。第二, 在多层器件中多层沉积膜容易产生逐渐结晶而影响器件的使用寿命。

本发明的目的是提供一种单层电致发光器件的制备方法, 首先选择高效荧光物质氯化甲基三脂肪胺、二苯甲酰甲烷与铕组成的三元配合物作为发射

物质,在室温下,采用旋涂制膜工艺完成的。制作出单层薄膜电致发光器件。

本发明选择的发射物质是一种浅粉红色的微晶粉末,在空气中它的形态结构和光致发光性能是稳定的。在254 nm和365 nm紫外光激发下,其量子效率是高亮度的镨季铵盐 α -噻吩基三氟丙酮标准样品的1.2倍。用365 nm激发时,其量子效率是标准彩电红粉三氧化二钪掺镨的20倍。这个材料的有效激发范围是250-420 nm,最大激发值位于389 nm。选择聚乙烯基吡啶(以下简称PVK)为基质,因为PVK不仅有空穴输运性质而且能把能量传递给稀土配合物。PVK的发射位于420 nm。选择2-(4-联苯)-5-(4叔丁基苯基)-噻二唑(以下简称PBD)为电子传输物质其发射位于390 nm。电池构型为ITO/PVK:镨配合物:PBD/Mg(Ag)。

本发明采用旋涂制膜的方法,把PVK镨的配合物和PBD溶解在二氯乙烷中,其重量百分比为:PVK:镨配合物:PBD=(30-60):(0.5-5):(30-80)。把该溶液旋涂在镀有 $\text{In}_2\text{O}_3\cdot\text{Sn}_2\text{O}_3$ (简称ITO)层的玻璃基片上。ITO玻璃片面电阻为20-50欧姆,在镀膜之前用丙酮、乙醇清洗,用超声波脱水去污并在80-100℃下干燥。当旋涂速度在3000-1000转/分变化时,薄膜的厚度从100-300 nm之间变化。镀膜后,在50℃下干燥10分钟,作为双电极的镁电极厚20 nm,银150 nm它们分别在 3×10^{-6} Pa真空下沉积在薄膜上。发光区是直径为2-5 mm的方块。在15伏特直流电压下驱动时,得80cd/m²亮度的红光发射。

本发明首次使用二苯甲酰甲烷,氯化甲基三脂肪胺和稀土镨离子形成三元配合物作为发射物质制备了单层电致发光器件,其电致发光和光致发光谱一致,只有612 nm的红光发射,半高宽度只有5 nm,色纯度好,电致发光亮度达80cd/m²。该器件的特点是制备工艺简单,亮度达到实际应用的要求,器件色纯度好、稳定性高,根据实际需要可以制成大面积,在平板显示和显像领域将有广阔的应用前景。

本发明提供的实施例如下:

实施例1:

取发射物质氯化甲基三脂肪胺、二苯甲酰甲烷镨荧光配合物5毫克,空穴输运物质聚乙烯基吡啶50毫克,取电子输运物质2-(4-联苯)-5-(4叔丁基苯

基)-噁二唑45毫克溶解在二氯乙烷中,用旋涂的方法沉积在镀有 $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}_2\text{O}_3$ 层的玻璃片上,厚度100 nm.镀层后在 50°C 下干燥10分钟,作为双电极的镁电极厚20 nm,银电极厚150 nm,它们分别在 $3\times 10^{-6}\text{Pa}$ 真空下沉积在薄膜上。发光区直径为2-5 mm的方块,当用15V直流电压驱动时得到明亮的红光。

实施例2:

取发射物质氯化甲基三脂肪胺、二苯甲酰甲烷铕荧光配合物3毫克,空穴输运物质聚乙烯基吡唑60毫克,电子输运物质2-(4-联苯)-5-(4叔丁基苯基)-噁二唑37毫克溶解在二氯乙烷中,用旋涂的方法沉积在镀有 $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}_2\text{O}_3$ 层的玻璃片上,厚度100 nm.镀层后在 50°C 下干燥10分钟,作为双电极的镁电极厚20 nm,银电极厚150 nm,它们分别在 $3\times 10^{-6}\text{Pa}$ 真空下沉积在薄膜上。发光区直径为2-5 mm的方块,当用15V直流电压驱动时,得到明亮的红光。

实施例3:

取发射物质氯化甲基三脂肪胺、二苯甲酰甲烷铕荧光配合物0.5毫克,空穴输运物质聚乙烯基吡唑30毫克,电子输运物质2-(4-联苯)-5-(4叔丁基苯基)-噁二唑69.5毫克溶解于二氯乙烷中,用旋涂方法沉积在镀有 $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}_2\text{O}_3$ 层的玻璃片上,厚度为300 nm。镀层后, 50°C 下干燥10分钟,作为双电极的镁电极厚20 nm,银电极厚150 nm,它们分别在 $3\times 10^{-6}\text{Pa}$ 真空下沉积在薄膜上。发光区直径为2-5 mm的方块,当用15V直流电压驱动时,得到明亮的红光。