

# 《有机发光电子/空穴功能材料测试方法第 2 部分：光学性能》 编制说明（征求意见稿）

## 一、工作简况

### （一）项目目的与意义

中国显示企业在 LCD 领域实现全球领先后，OLED 领域正在成为下一个全球显示行业的主战场，我国是全球有机发光显示产能增长最快的国家，近几年我国显示产业投资主要集中于有机发光显示。与国内有机发光显示材料市场规模增速不符的是，国产材料的用量增长有待提高。

电子/空穴功能材料是有机发光显示器件中注入和传输材料，目前阿格蕾雅、奥莱德、鼎材等国内企业均可自主生产，但尚无现行行业级以上标准，仅仅是按客户的要求，而非通用的规范，不利于国产功能材料的验证导入和应用推广，不利于产业的快速发展。急需建立电子/空穴功能材料测试方法标准体系，以规范国内市场，促进国产材料应用导入，引导行业以统一的标准评价产品质量，形成合力保障产业高质量建设。

本项目旨在通过对电子/空穴功能材料的客户要求进行分析、归纳、总结，制定光学性能部分测试方法的通用技术标准，为各类有机发光显示用电子/空穴功能材料的研发生产、应用验证、检验检测提供保障；为实现国内电子/空穴功能材料的技术能力及发展的自主可控，为促进国内有机发光显示材料产业的良性健康发展提供指引方向。

### （二）任务来源

根据 2023 年 12 月 1 日《国家标准化管理委员会关于下达 2023 年第三批推荐性国家标准计划的通知》（国标委发[2023]58 号）的要求，国家标准《有机发光电子/空穴功能材料测试方法第 2 部分：光学性能》（计划编号 20231199-T-469）由全国半导体设备和材料标准化技术委员会（SAC/TC203）归口管理，由广东阿格蕾雅光电材料有限公司、四川阿格瑞新材料有限公司组织起草。

### （三）主要工作过程

2023 年 12 月 1 日，国家标准化管理委员会下达了修订《有机发光电子/空穴功能材料测试方法第 2 部分：光学性能》国家标准的任务。

2023 年 12 月，成立标准编制组，确定制定原则和指导思想，明确任务分工，制定了工作计划和方案。

2024 年 1 月至 2024 年 6 月，标准编制组查阅大量标准和文献，借鉴相关企业电子/空穴功能材料光学性能测试的方法和规定，确定了标准制定中的光学测试项目、测试步骤，形成《有机发光电子/空穴功能材料测试方法第 2 部分：光学性能》标准讨论稿

和编制说明。

2024 年 7 月 30 日至 8 月 1 日， 由全国半导体设备和材料标准化技术委员会 (SAC/TC203)组织，在北京召开《有机发光电子/空穴功能材料测试方法第 2 部分：光学性能》标准讨论稿的讨论会，来自中国电子技术标准化研究院、上海大学、东旭集团有限公司、维信诺科技股份有限公司、北京鼎材科技有限公司等单位的专家代表参会，并对标准讨论稿提出建议及修改意见。

2024 年 9 月，标准编制组根据讨论会修改意见及共识，对标准讨论稿进行修改，形成征求意见稿和相关资料。

**（四）主要参加单位和工作成员及其所作的工作**

**1 主要参加单位情况**

牵头单位广东阿格蕾雅光电材料有限公司专注于自主知识产权的新型有机发光材料的研发及生产应用， 目前成功研发有机发光材料百余种，产品质量水平国内领先，已成为可信赖的 OLED 显示材料和技术供应商，产品销售国内外大型 OLED 面板企业。

广东阿格蕾雅光电材料有限公司具备国内领先的检测设备，产品分析检测体系完善，公司检测实验室于 2021 年通过 ISO/IEC 17025:2017 实验室管理体系国家认可（CNAS：L15500）。目前对有机发光电子/空穴功能材料光学测试项目、测试方法的研究经过多年积累，已经成熟，具备国标编制的能力。

**2 主要工作成员所负责的工作情况**

本标准主要起草人及工作职责见表 1。

表 1 主要起草人及工作职责

| 序号 | 起草单位           | 工作职责                                                                         |
|----|----------------|------------------------------------------------------------------------------|
| 1  | 广东阿格蕾雅光电材料有限公司 | 组织编制单位，负责测试项目的确定、方法试验研究，标准草案的起草，组织完成方法验证试验和数据统计分析，标准的起草、编写以及修改意见的整理和文本修改等工作。 |
| 2  | 中国电子技术标准化研究院   | 组织编制单位，落实测试项目的确定、方法验证试验、数据统计分析等工作。                                           |
| 3  | 四川阿格瑞新材料有限公司   | 落实测试项目的确定、方法验证试验、数据统计分析等工作。                                                  |

## 二、标准编制原则和确定主要内容的论据及解决的主要问题

## 1 标准编制的原则

本文件严格遵照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的有关规定起草。本文件的编制紧密结合 OLED 材料行业发展需要，结合电子/空穴功能材料光学性能的测试需要，使本文件的编制具有系统性、先进性、广泛适用性。

本文件按照紫外吸收光谱、荧光光谱、磷光光谱测定相关技术理论，以促进 OLED 材料行业发展与技术进步为导向，为电子/空穴功能材料光学性能的测试提供技术方法，充分考虑了科研需要、用户需求及相关测试方法所涉及设备的现有技术水平，使本文件在实施方面具有实用性和可操作性。

## 2 确定主要内容的依据

电子/空穴功能材料是有机发光显示器件中注入和传输材料，其光学性能，如光吸收、发射，直接关系到 OLED 器件的发光效率和能耗；如折射率和吸光系数，反映材料与光相互作用的基本特性，通过对这些参数的深入研究，可以优化材料的性能，开发出更高效、更精确的光电设备。精确测量这些光学性能指标能够确保材料在实际应用中的可靠性和性能表现，从而推动有机发光显示技术的发展，但目前没有统一的国家标准和行业标准。

本标准文件的编制，参考了 GB/T 20871.12 有机发光二极管显示器件第 1-2 部分：术语与文字符号、GB50073 洁净厂房设计规范、JY/T 0570 紫外和可见吸收光谱分析方法通则、JY/T 0571 荧光光谱分析方法通则。

## 3 编制过程中解决的主要问题

对于有机发光电子/空穴功能材料光学性能的基本测试项目及测试方法，均没有统一的国家标准和行业标准，目前阿格蕾雅、奥莱德、鼎材等国内企业均可自主生产有机发光电子/空穴功能材料，仅仅是按客户的要求，而非通用的规范，不利于国产功能材料的验证导入和应用推广，不利于产业的快速发展。

本标准主要旨在制定有机发光电子/空穴功能材料光学性能测试的国家标准，统一行业规范。经过研究和试验，确定了本标准的主要技术内容：1. 范围、2. 规范性引用文件、3. 术语和定义、4. 环境条件、5. 测试项目及测试方法、6. 测试报告。测试项目包含材料紫外吸收光谱、荧光光谱、磷光光谱以及所制备的有机发光二极管的色度、亮度、发光效率、寿命。

### 三、主要试验验证情况分析

本标准中所规定的吸收和发射分析通用规则和测定方法，在我单位做过充分的数

据积累和验证，也与国内外相关生产单位和研制单位进行了很多的交流，征求了相关单位的意见，可充分保证该标准的先进性、通用性和可操作性。

## 1 紫外吸收光谱测试

### 1.1 试样制备

根据材料的溶解性选用二氯甲烷、甲苯、四氢呋喃等分析纯及以上纯度的有机溶剂，配制  $10^{-4} \sim 10^{-6} \text{mol/L}$  的溶液，本次验证的样品为电子功能材料，样品溶液状态选用色谱级的二氯甲烷溶剂，配制的浓度是  $2.0 \times 10^{-5} \text{mol/L}$ ，样品薄膜状态，使用真空蒸镀方式将材料蒸镀到素玻璃上，薄膜厚度为 100nm。

### 1.2 测试步骤

1.2.1 仪器开机预热后，设置扫描波长为 200nm-700nm，扫描间隔 1nm，测试溶剂空白。

1.2.2 相同参数测试溶液及薄膜试样，得到试样的紫外吸收光谱，记录吸收光谱曲线峰值。

### 1.3 测试结果

试样在溶液状态的吸收值为 287nm（图 1），薄膜状态的吸收值为 293nm（图 2），两者的差异主要来源溶液状态测试受溶剂化效应的影响。

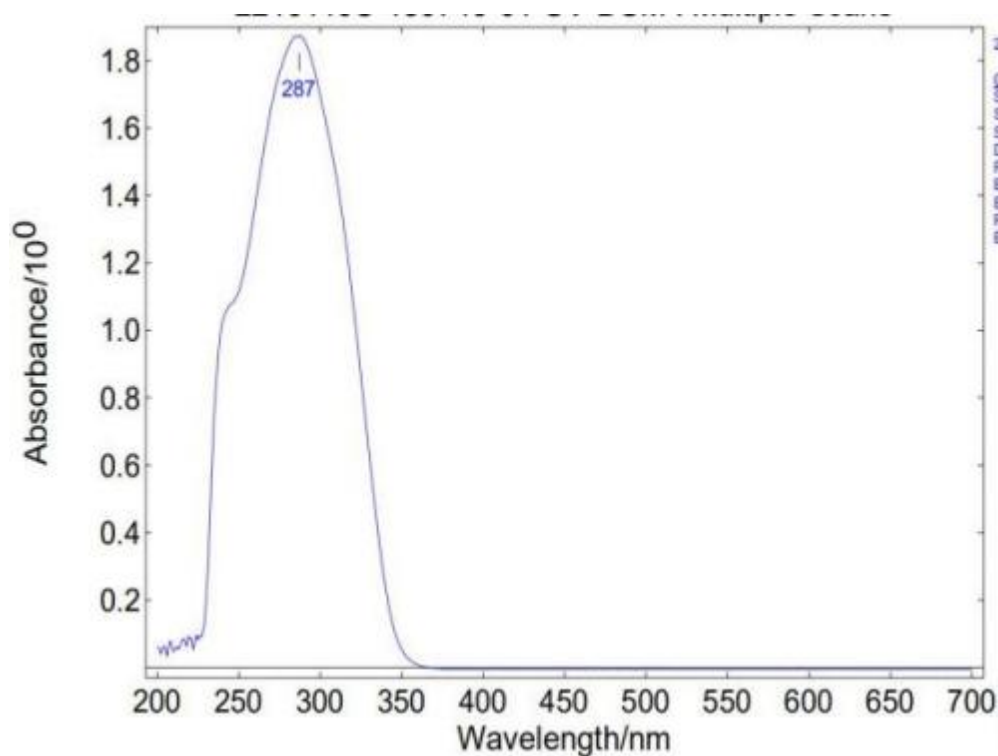


图 1 试样溶液状态的紫外吸收光谱图

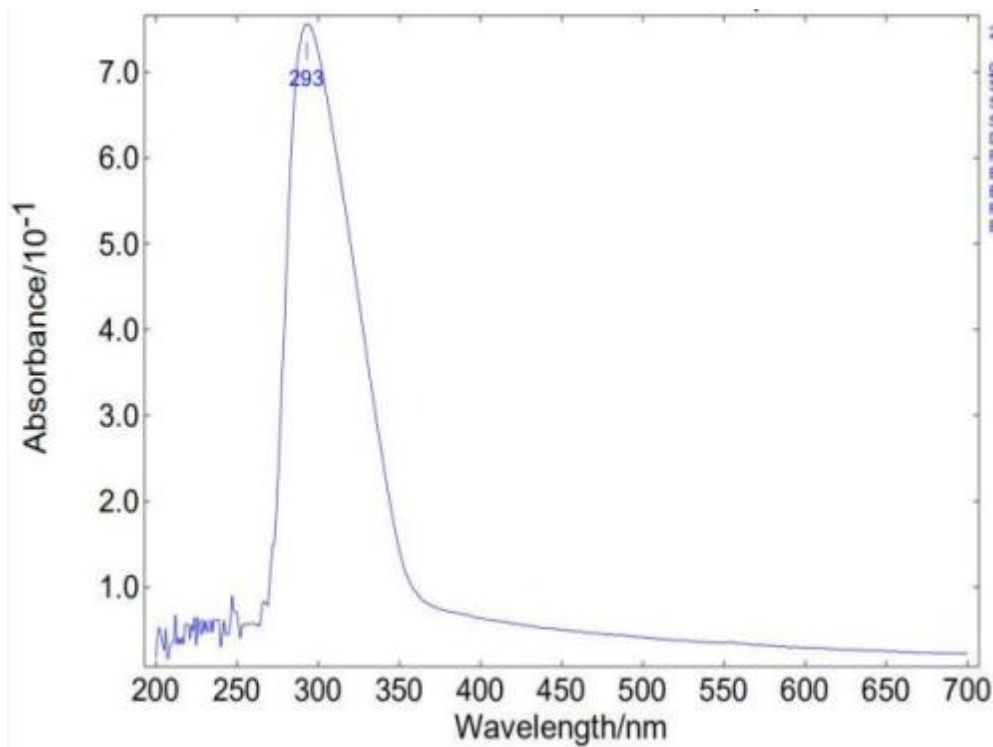


图 2 试样薄膜状态的紫外吸收光谱图

为进一步验证方法的科学性，选取两只不同的电子空穴功能材料，在不同实验室分别进行两次平行测试，结果如表 1，结果显示，测试结果重现性较好。

表 1 两只不同的电子空穴功能材料在两个实验室的紫外-可见吸收光谱测试结果：

| 吸收峰值/nm        | 材料 1 |      | 材料 2 |      |
|----------------|------|------|------|------|
|                | 平行 1 | 平行 2 | 平行 1 | 平行 2 |
| 广东阿格蕾雅光电材料有限公司 | 366  | 366  | 366  | 365  |
| 四川阿格瑞光电材料有限公司  | 366  | 366  | 366  | 365  |

## 2 荧光发射光谱测试

### 2.1 试样制备

试样准备同 1.1

### 2.2 测试步骤

仪器开机预热后，设置狭缝宽度、扫描间隔等参数，设置合适的激发波长和扫描发射波长范围，预扫描后调整参数确定合适的发光强度。本次验证设置的参数如下：

激发端狭缝 1.0nm，发射端狭缝 1.0nm，激发波长为 300nm，扫描波长范围 320nm至 750nm，扫描间隔 1nm，扫描得到试样的荧光发射光谱，读取发射光谱曲线峰值。

### 2.3 测试结果

试样溶液状态的发射峰值为410nm（图 3），试样薄膜状态的发射峰值为404nm（图 4），两者的差异主要来源溶液状态测试受溶剂化效应的影响。。

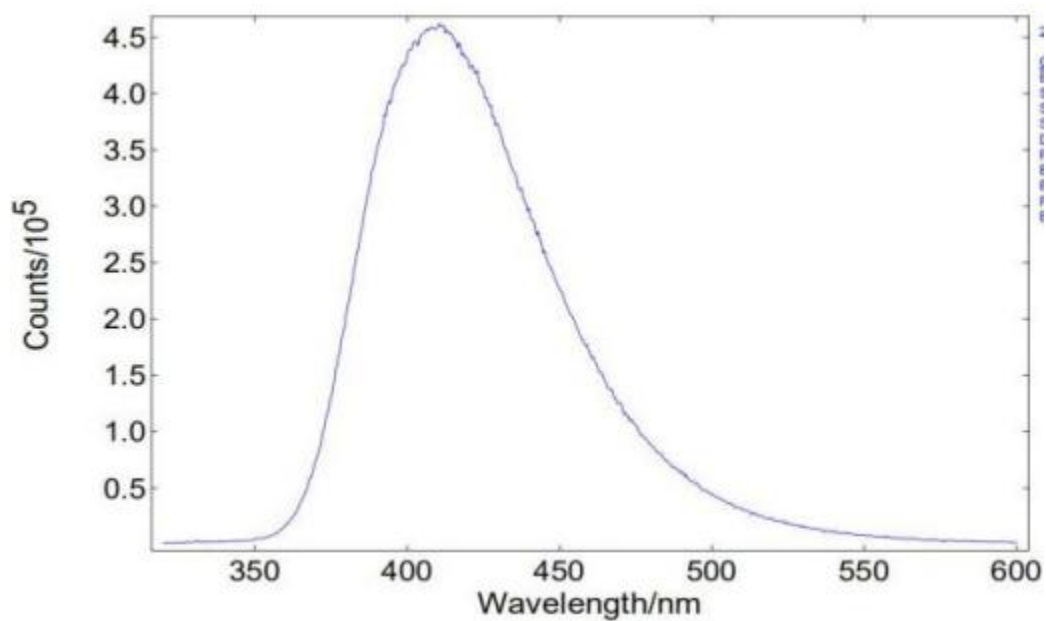


图 3 试样溶液状态的荧光发射光谱图

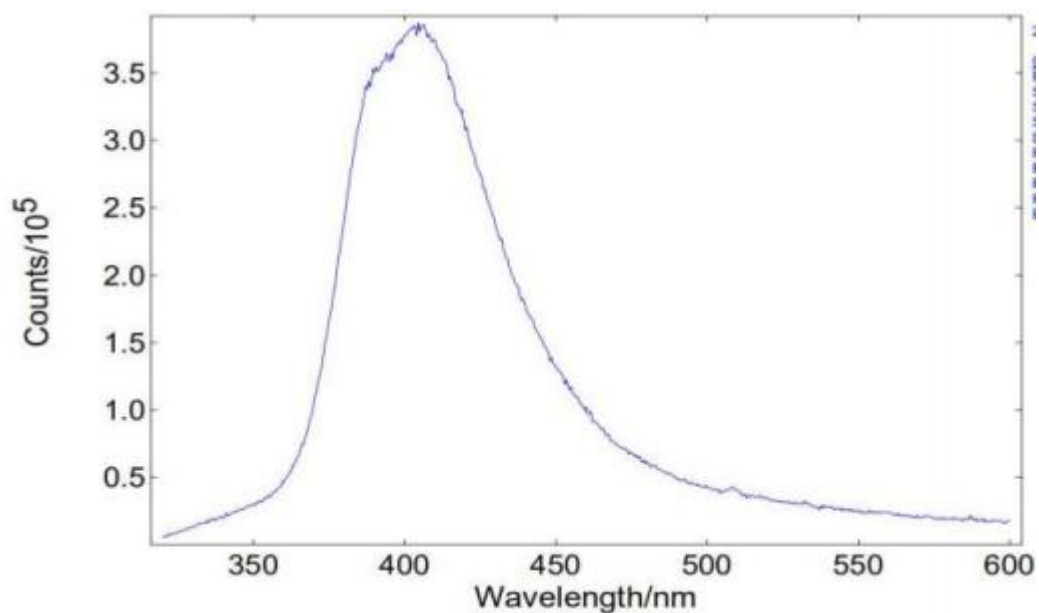


图 4 试样薄膜状态的荧光发射光谱图

为进一步验证方法的科学性，选取两只不同的电子空穴功能材料，在不同实验室分别进行两次平行测试，结果如表 2，结果显示，测试结果重现性较好。

表 2 两个实验室的荧光发射光谱测试的发射峰值 (nm)

|                | 材料 1 |      | 材料 2 |      |
|----------------|------|------|------|------|
|                | 平行 1 | 平行 2 | 平行 1 | 平行 2 |
| 广东阿格蕾雅光电材料有限公司 | 466  | 468  | 466  | 465  |
| 四川阿格瑞光电材料有限公司  | 469  | 468  | 464  | 465  |

### 3 磷光发射光谱测试

#### 3.1 试样准备

试样准备同 1.1。

### 3.2 测试步骤

3.2.1 依次打开荧光光谱仪和计算机，并使仪器预热稳定 30 分钟以上，打开样品仓，将制备好溶液试样放入样品支架，样品仓添加液氮，使样品仓温度 $\leq 80\text{K}$ ，维持 15min 以上；

3.2.2 本次验证按照以下参数设置测试条件：

测试温度：80K，激发光源：EPL 激光器，激发波长为 375nm，发射端狭缝 2.0nm，扫描波长范围 400nm 至 700nm，扫描间隔 5nm，衰减扫描窗口 5 $\mu\text{s}$ ，衰减扫描时间 120s。

3.2.3 进行时间发射光谱扫描测试，测得有机功能材料溶液状态的时间分辨发射光谱图，通过数据软件对谱图进行切片处理，得到低温磷光发射光谱，即发射光谱曲线峰值和起始值。

3.2.4 样品仓更换上薄膜样品支架配件，将制备好薄膜样品放入检测通道的薄膜支架中，调整支架角度使测试面与检测器成 30° 夹角，重复 3.2.3 的操作，测得有机功能材料薄膜状态的时间分辨发射光谱图。

### 3.3 测试结果

取磷光发射光谱曲线起始位置，样品溶液状态的磷光发射起始位置为 519nm（图 9），样品薄膜状态的磷光发射起始位置为 496nm（图 10），两者的差异主要来源溶液状态测试受溶剂化效应的影响。

3.3.1 样品溶液状态的低温时间分辨光谱图结果如下图 5，初步观察到样品在 500ns-5000ns 的衰减中，于波长 500nm-700nm 位置有磷光发射峰。

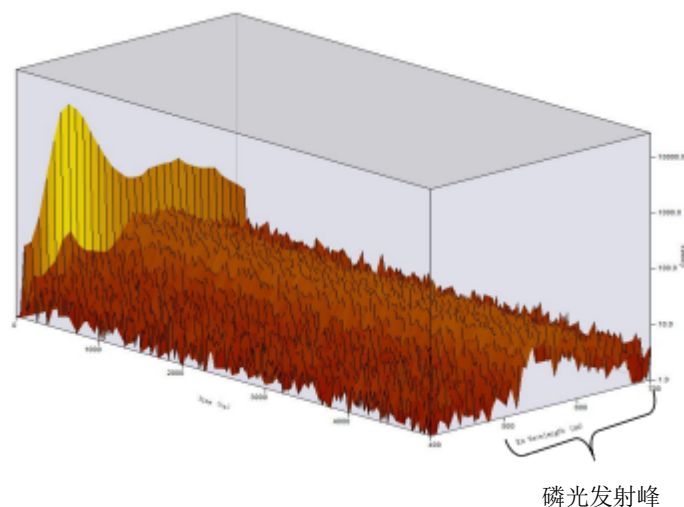


图 5 溶液状态的时间分辨光谱 3D 图

3.3.2 使用数据处理软件中的切片工具，即可对时间分辨光谱进行切片处理，得到不同衰减时间下的光谱数据，区分开荧光和磷光光谱。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：

<https://d.book118.com/275020124244011332>