



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110804436 A

(43)申请公布日 2020.02.18

(21)申请号 201911117486.6

(22)申请日 2019.11.15

(71)申请人 吉林奥来德光电材料股份有限公司

地址 130012 吉林省长春市高新区繁荣路
5299号

(72)发明人 马晓宇 谢星冰 王辉 毕岩

杨冰 白金凤 刘锟

(74)专利代理机构 长春众邦菁华知识产权代理

有限公司 22214

代理人 张伟

(51)Int.Cl.

C09K 11/06(2006.01)

C07F 15/00(2006.01)

H01L 51/50(2006.01)

H01L 51/54(2006.01)

权利要求书11页 说明书21页

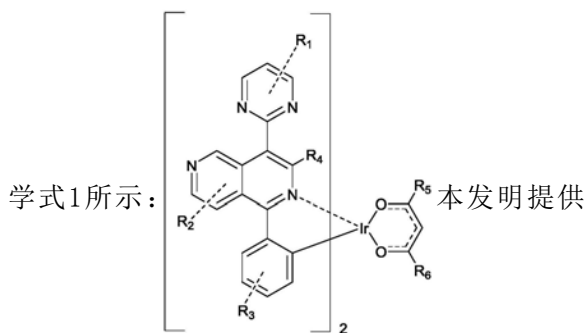
(54)发明名称

制备方法,制备步骤简单,产物纯度高。

一种铱配合电致发光材料和其制备方法及
电致发光器件

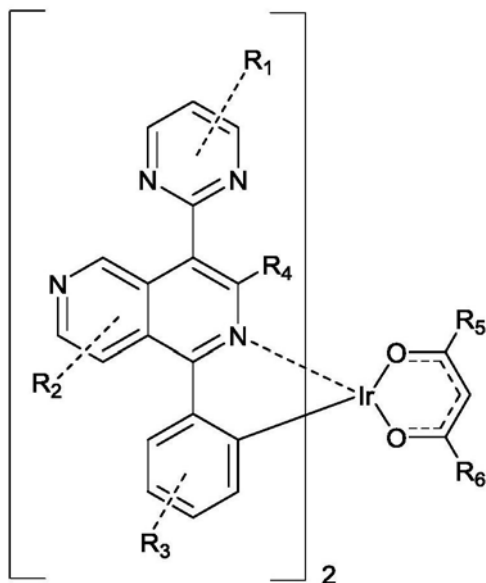
(57)摘要

本发明涉及一种铱配合电致发光材料和其
制备方法及电致发光器件,属于有机光电材料领
域。本发明的铱配合电致发光材料的结构式如化



的铱配合电致发光材料,是一种新型结构的铱金
属配合物,通过选择特定的杂环的配体结合,调
节化合物的波长,得到的有机金属化合物在用于
有机电致发光器件后,使得器件的发光效率以及
亮度提高。本发明提供的铱配合电致发光材料的

1. 一种铱配合电致发光材料,其特征在于,其结构式如化学式1所示:



化学式1

其中, R_1 、 R_2 分别表示单、二、三取代基或无取代基; R_3 表示单、二、三、四取代基或无取代基;

R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 各自独立地选自由以下取代基团组成的群组:氢、氘、卤素、氰基、 CF_3 、硅烷基、酰基、羰基、羧酸基、酯基、腈基、硫基、亚磺酰基、磺酰基、膦基、取代或非取代的烷基、取代或非取代的环烷基、取代或非取代的杂环烷基、取代或非取代的烷氧基、取代或非取代的烯基、取代或非取代的炔基、烷基氨基、芳基氨基、取代或非取代的芳基、芳氧基、或者取代或非取代的杂芳基。

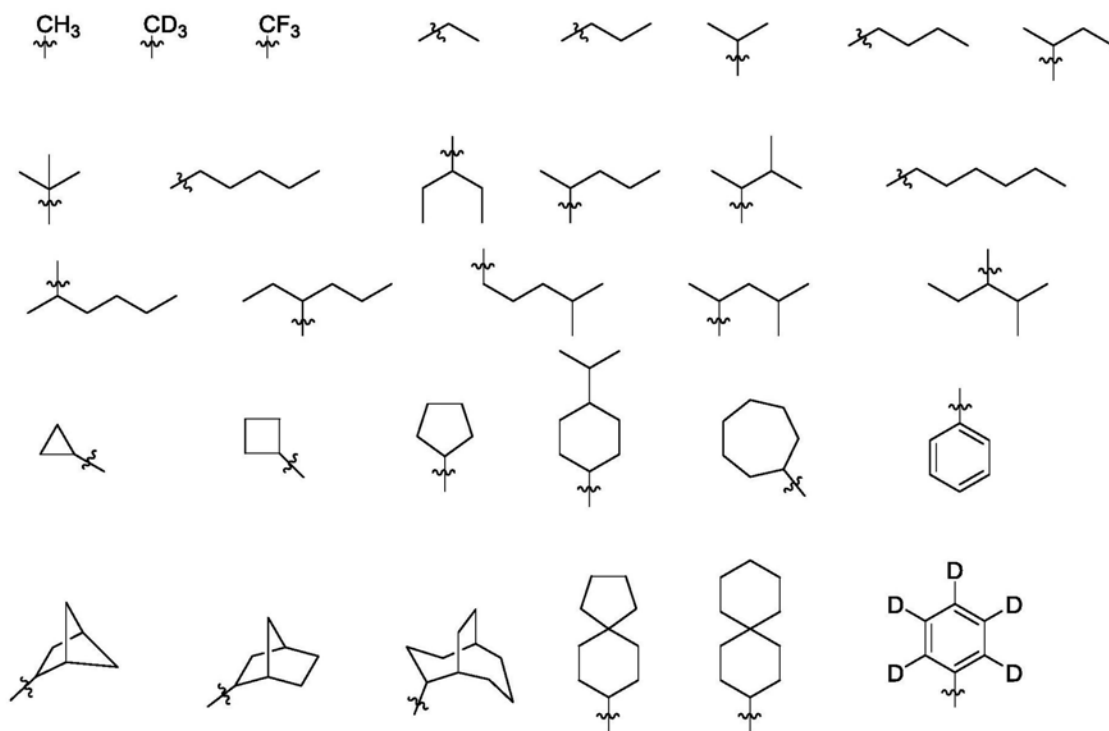
2. 根据权利要求1所述的铱配合电致发光材料,其特征在于, R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 各自独立地自由以下取代基团组成的群组:氢、氘、卤素、氰基、取代或非取代的烷基、取代或非取代的芳基、取代或非取代的杂芳基。


3. 根据权利要求1所述的铱配合电致发光材料,其特征在于, R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 各自独立地选自由以下取代基团组成的群组:取代或非取代的C1~C30烷基、取代或非取代的C3~C30环烷基、取代或非取代的C3~C30杂环烷基、取代或非取代的C1~C8烷氧基、取代或非取代的C2~C6烯基、取代或非取代的C2~C6炔基、C1~C30烷基氨基、C6~C30芳基氨基、取代或非取代的C6~C30芳基、C6~C30芳氧基、或者取代或非取代的C4~C12杂芳基。

4. 根据权利要求1所述的铱配合电致发光材料,其特征在于, R_1 、 R_2 、 R_3 各自独立的与所在环上其他取代基相互形成取代或非取代的C3~C30环烷基、取代或非取代的C3~C30杂环烷基、取代或非取代的C6~C18芳环、或者取代或非取代的C4~C18杂芳环。

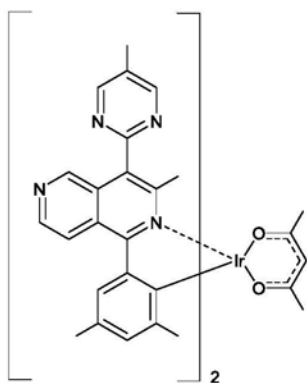
5. 根据权利要求1所述的铱配合电致发光材料,其特征在于, R_1 、 R_2 、 R_3 之间相互形成取代或非取代的C3~C30环烷基、C3~C30杂环烷基、取代或非取代的C6~C18芳环、或者取代或非取代的C4~C18杂芳环。

6. 根据权利要求1所述的铱配合电致发光材料,其特征在于, R_1 ~ R_6 具体的优选自由以下结构组成的群组:

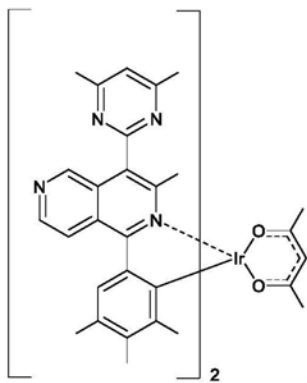


其中  为连接位置。

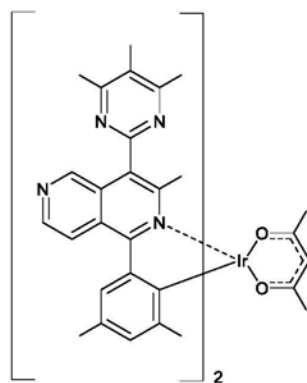
7. 根据权利要求1所述的铱配合电致发光材料,其特征在于,其选自以下结构中的任意一种:



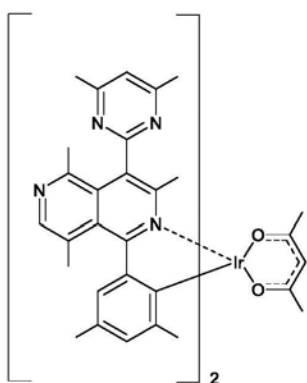
F001



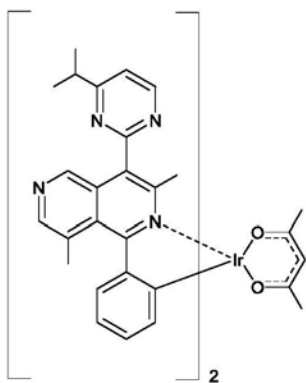
F002



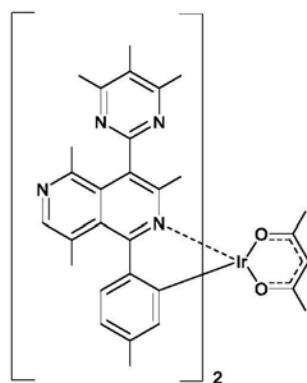
F003



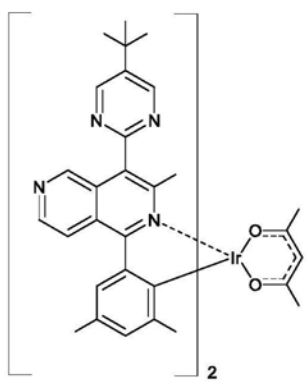
F004



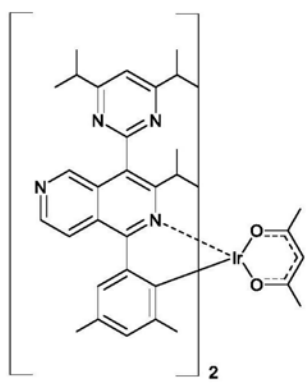
F005



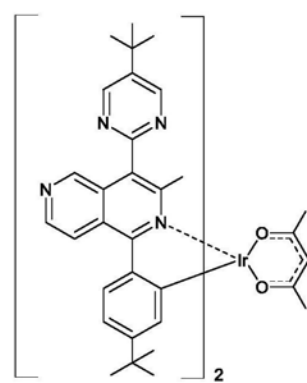
F006



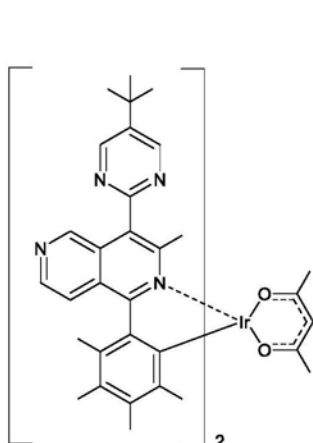
F007



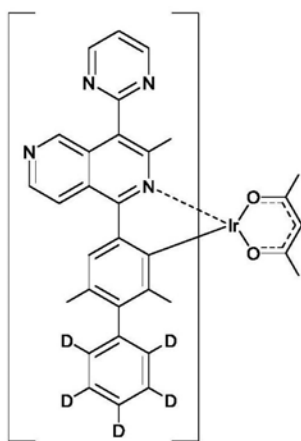
F008



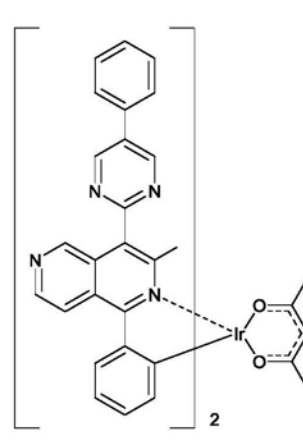
F009



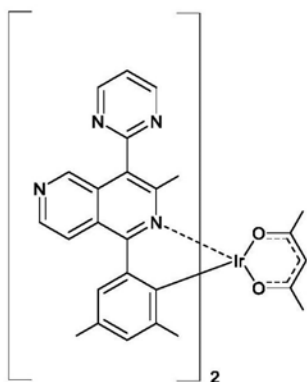
F010



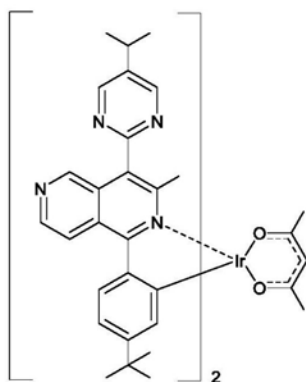
F011



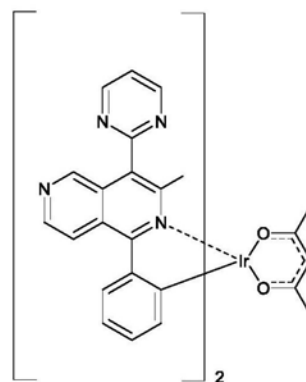
F012



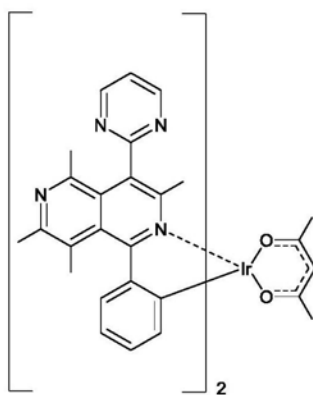
F013



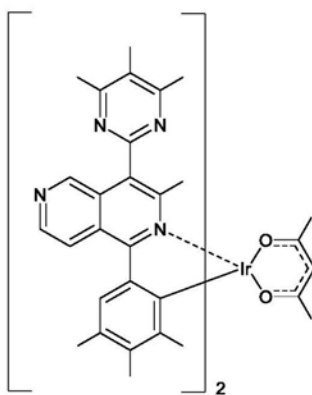
F014



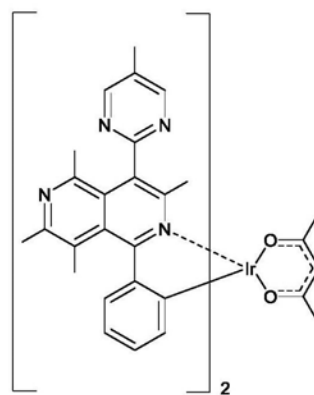
F015



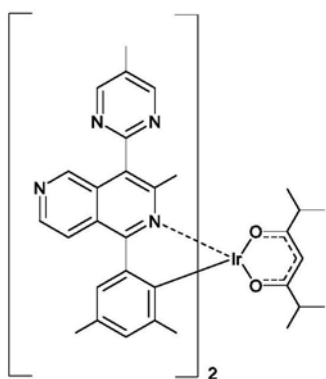
F016



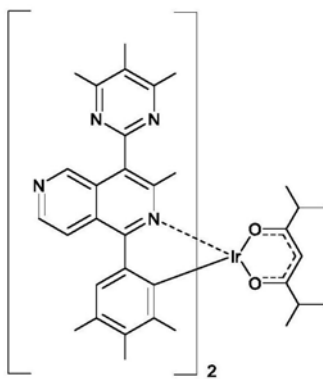
F017



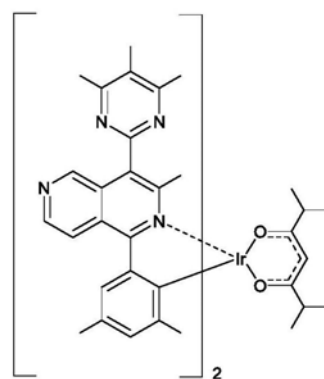
F018



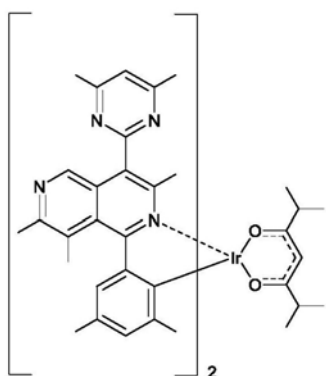
F019



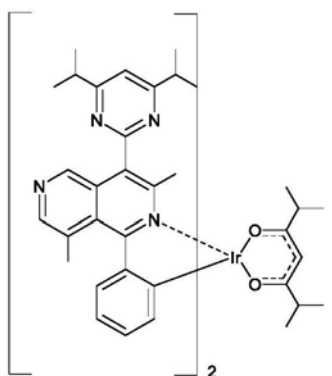
F020



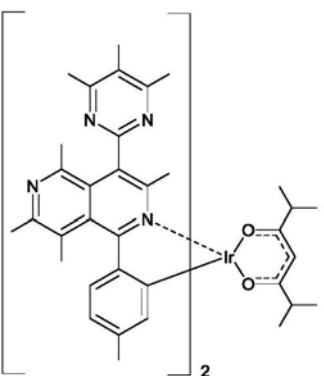
F021



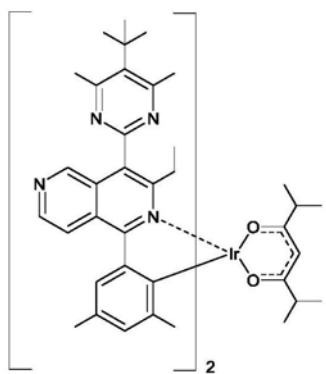
F022



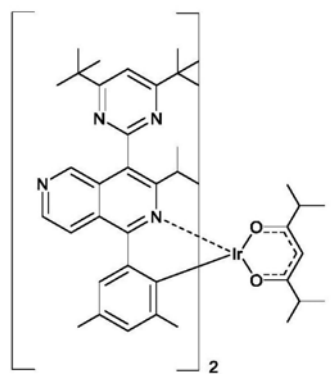
F023



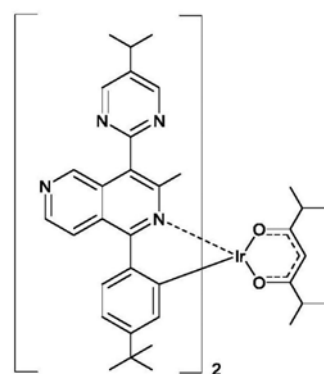
F024



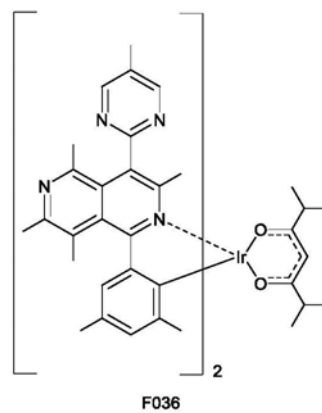
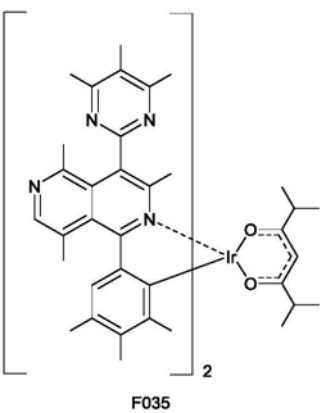
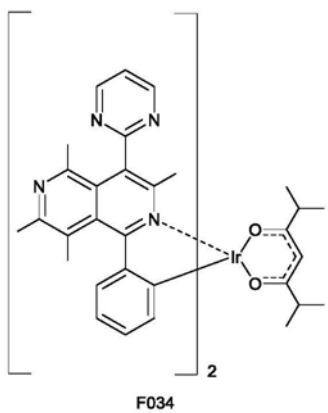
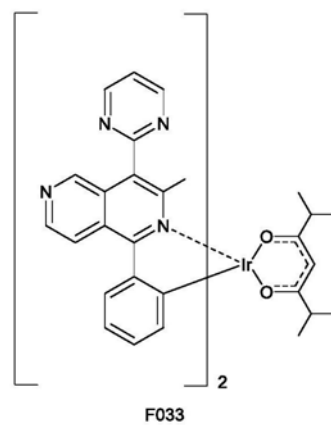
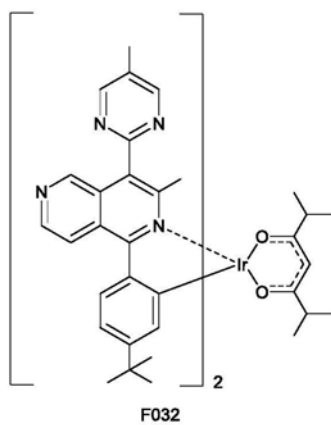
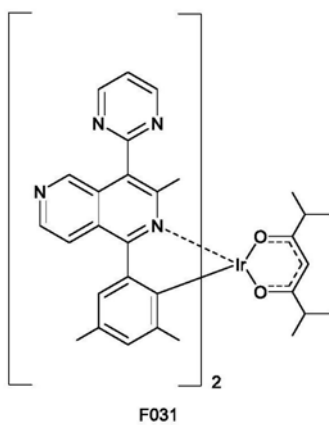
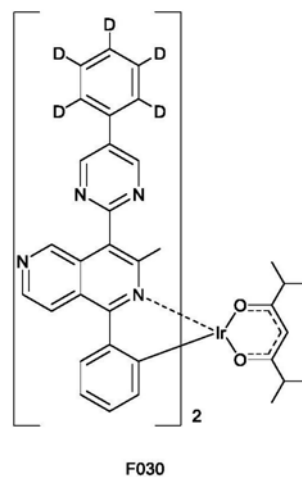
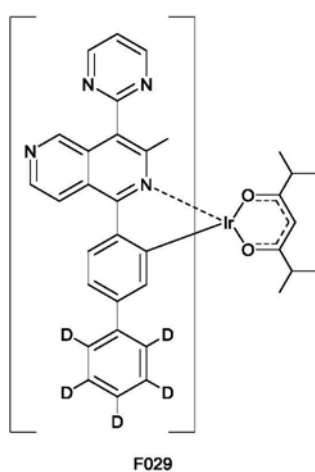
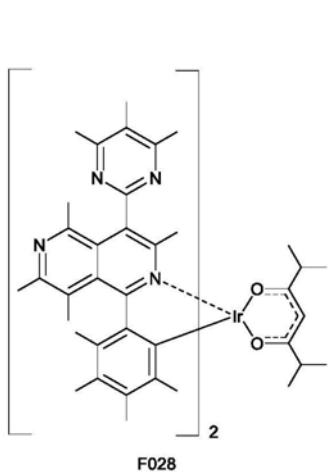
F025

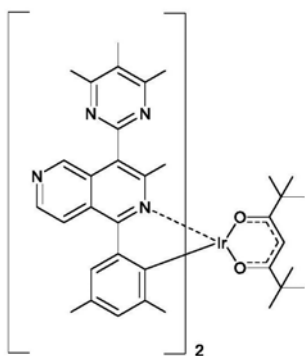


F026

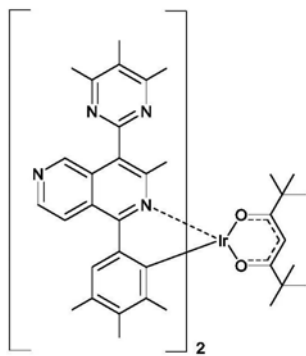


F027

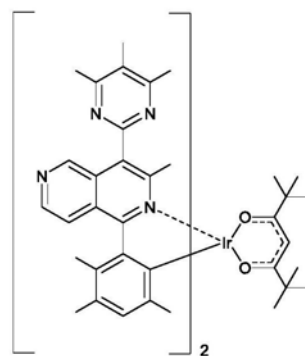




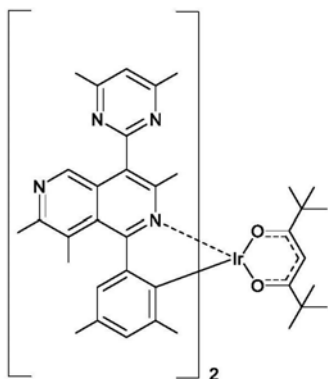
F037



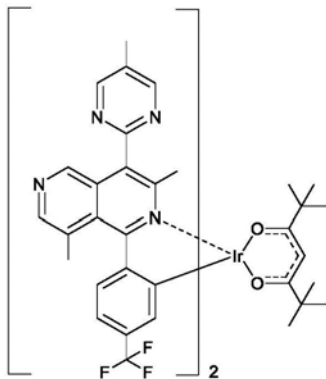
F038



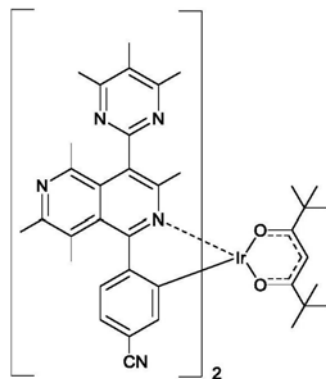
F039



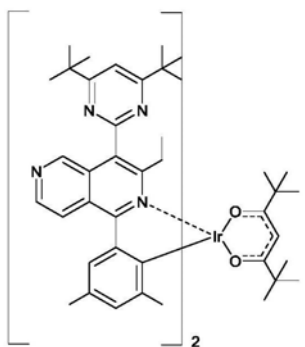
F040



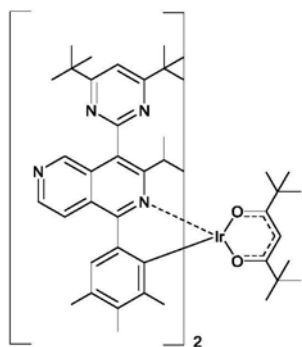
F041



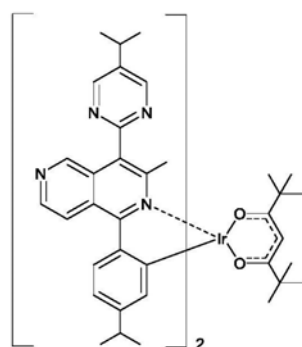
F042



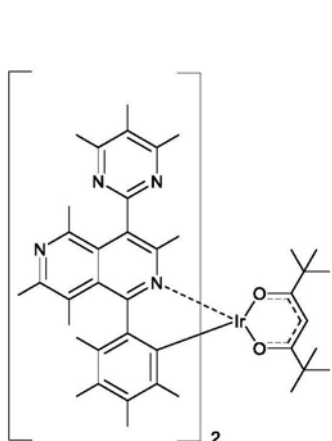
F043



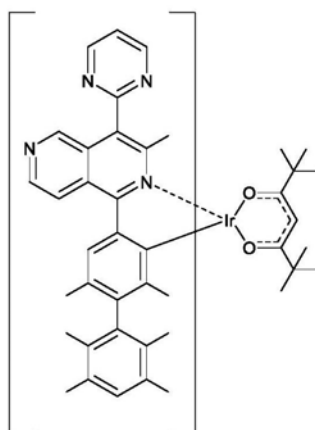
F044



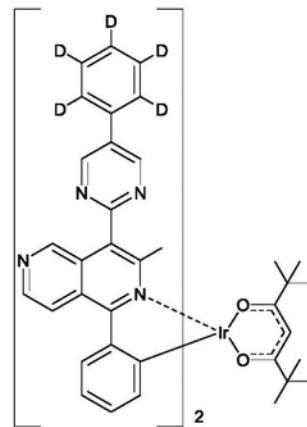
F045



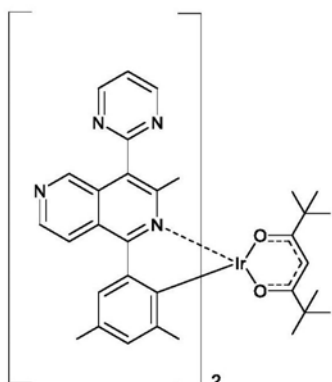
F046



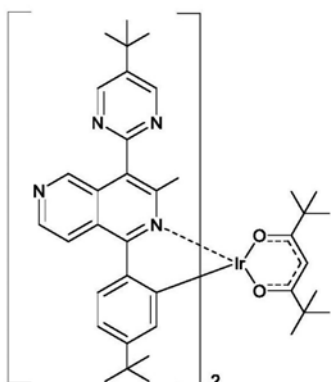
F047



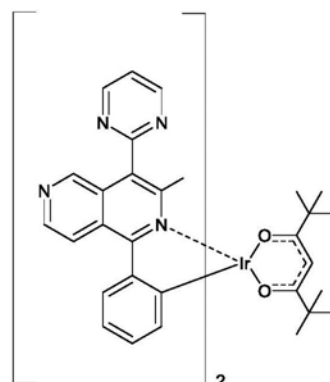
F048



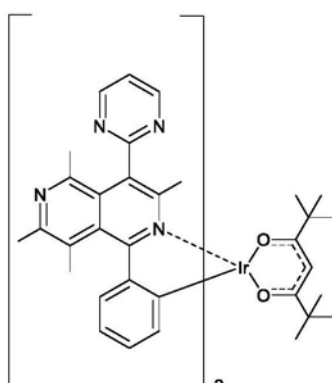
F049



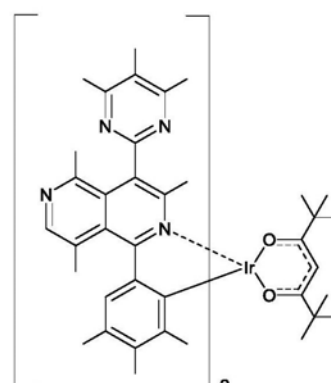
F050



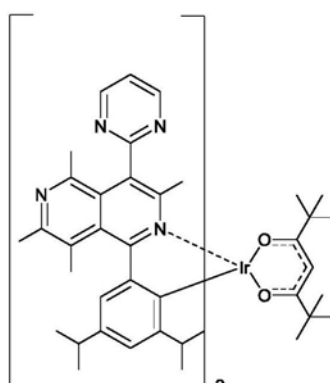
F051



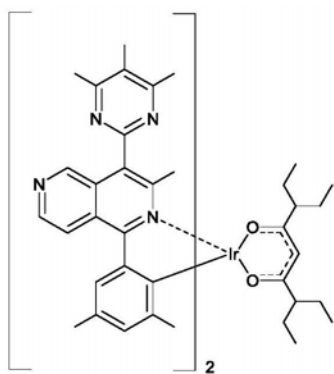
F052



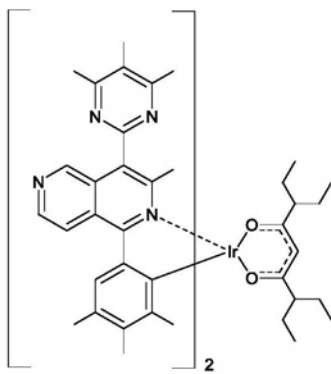
F053



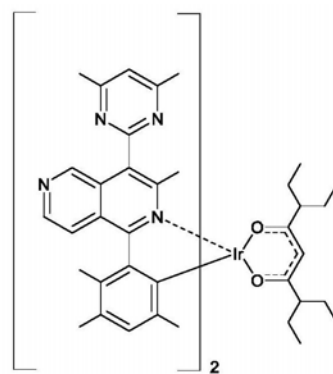
F054



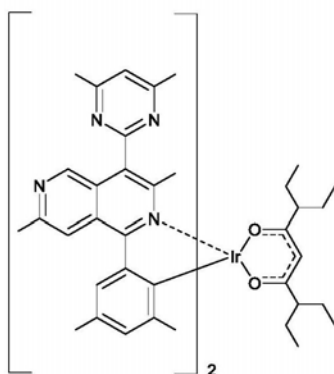
F055



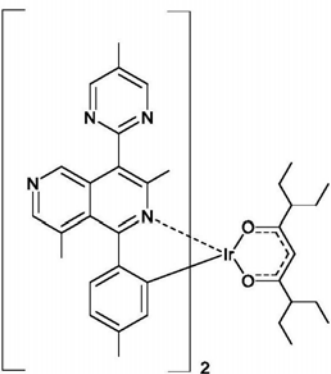
F056



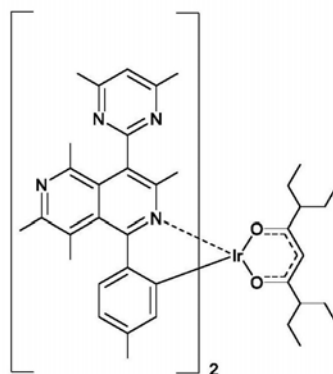
F057



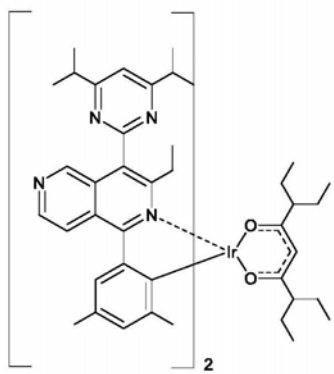
F058



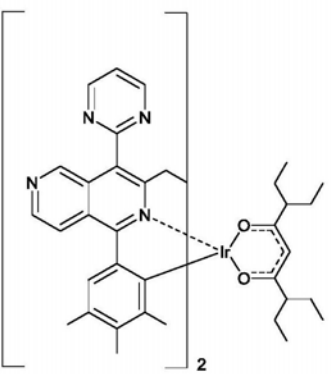
F059



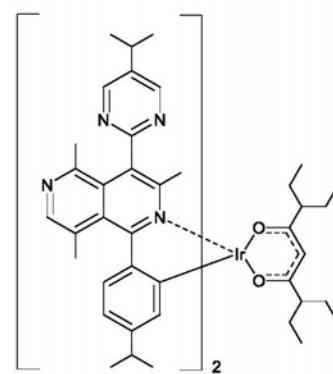
F060



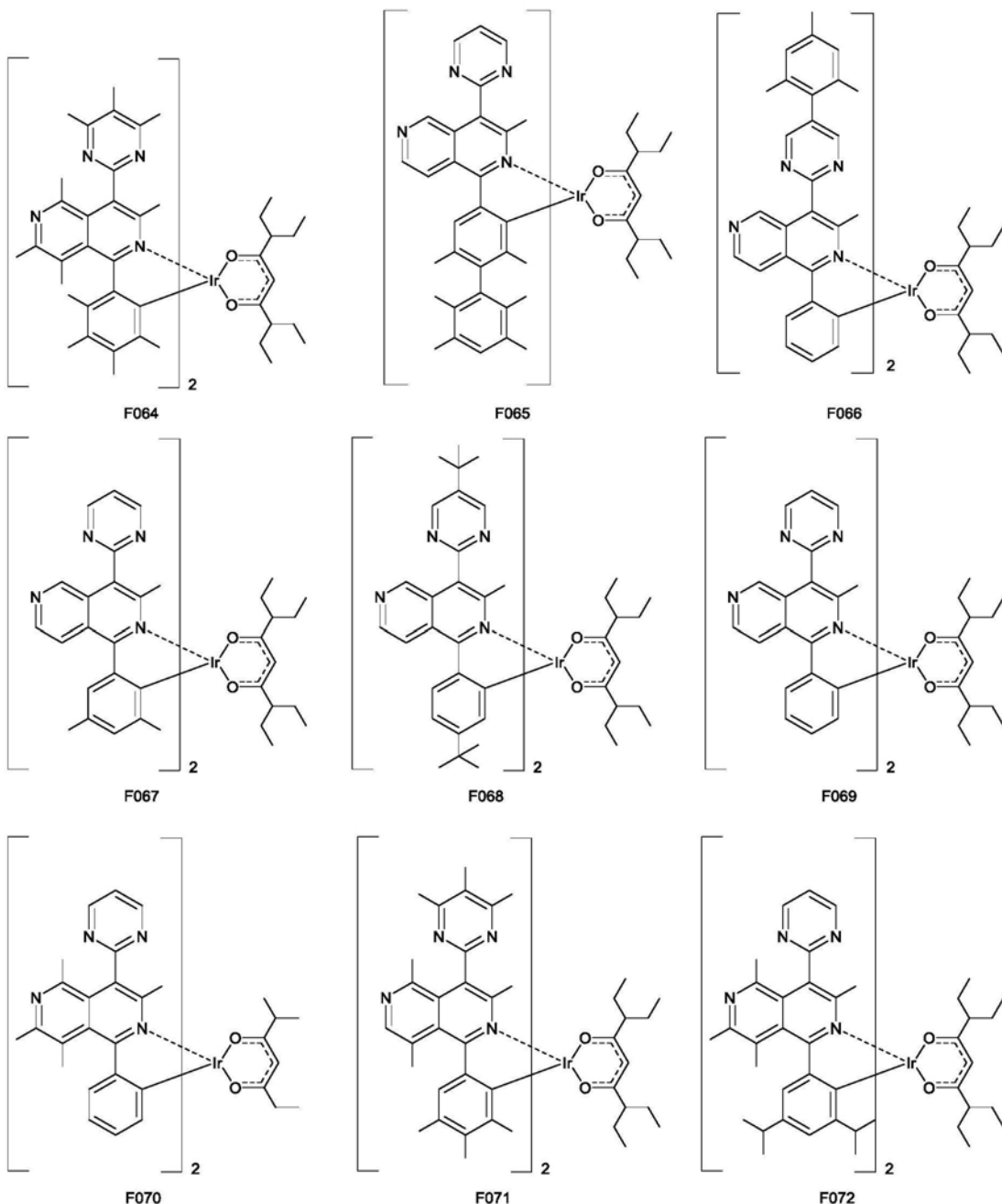
F061



F062



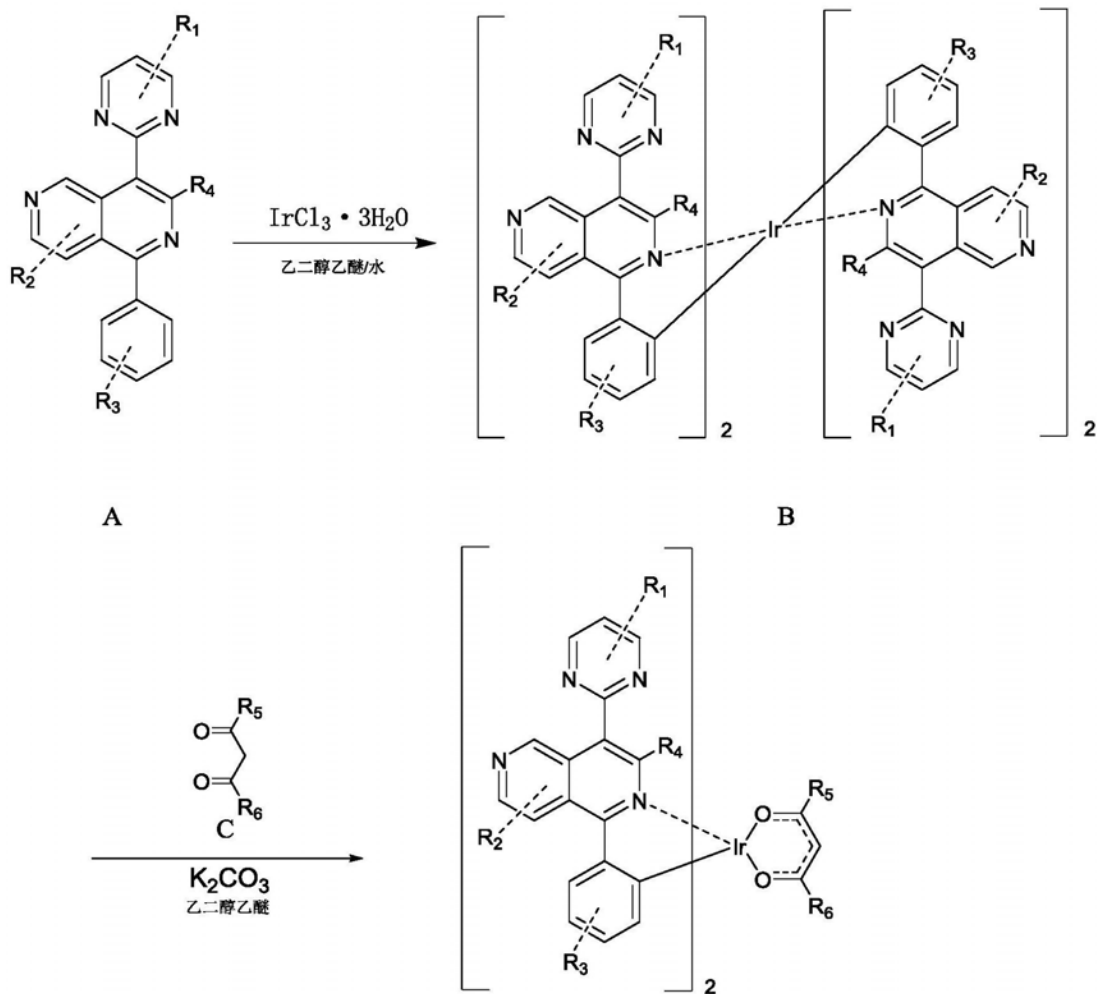
F063



8. 一种权利要求1-7任意一项所述的铱配合电致发光材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤1、将原料A与三氯化铱加入乙二醇乙醚/水的混合溶剂中,充分反应,制得桥联配体中间体B;

步骤2、将中间体B与中间体C,加入碳酸钾、及乙二醇乙醚,充分反应,制得化学式1所述的铱配合电致发光材料;



9. 一种包含权利要求1-7任意一项所述的铱配合电致发光材料的有机电致发光器件。

一种铱配合电致发光材料和其制备方法及电致发光器件

技术领域

[0001] 本发明涉及有机光电材料领域,具体涉及一种铱配合电致发光材料和其制备方法及电致发光器件。

背景技术

[0002] 有机电致发光技术是最新一代显示技术,由有机发光材料制备成的发光设备外形上具有轻、薄、柔等优势,尤其可制备成柔性设备是其它发光材料无法与之相比的优点。在过去的十年中,该技术已经在走向商业化的道路上取得了一定成果,例如,有机电致发光二极管(OLED)已经在智能手机、电视机和数码相机的先进显示器中得到应用。有机电致发光材料是构成电致发光器件的核心和基础。新材料的开发是推动电致发光技术不断进步的源动力。对原有材料制备和器件优化也是现在有机电致发光产业的研究热点。

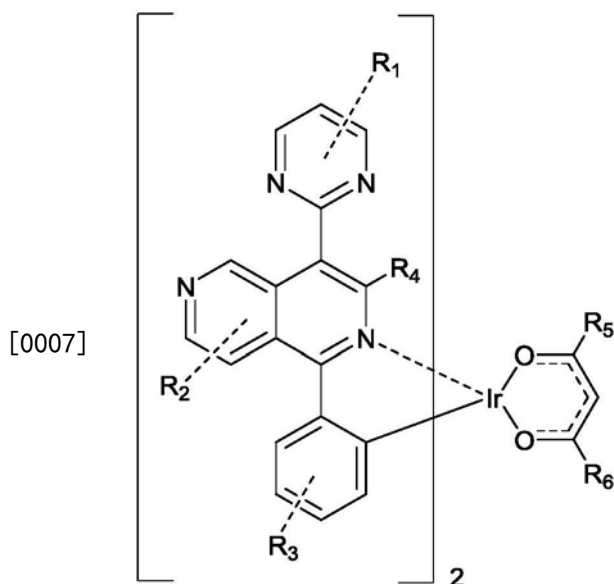
[0003] 传统的OLED可以分为荧光类和磷光类。与荧光OLED相比(理论发光效率最高25%),磷光OLED(理论发光效率100%)由于具有更高的发光效率而成为OLED技术研究和发展的主流方向。但磷光材料在降低材料制备工艺成本、提高材料的基本光电性能,以及提高材料在器件集成后整体耐受性和耐候性等方面,现有技术还有待于改进和发展。

发明内容

[0004] 本发明要解决现有技术中的技术问题,提供一种铱配合电致发光材料和其制备方法及电致发光器件。本发明提供了一种新型结构的铱金属配合物,通过选择特定的杂环的配体结合,调节化合物的波长,得到的有机金属化合物在用于有机电致发光器件后,使得器件的发光效率以及亮度提高。

[0005] 为了解决上述技术问题,本发明的技术方案具体如下:

[0006] 本发明提供一种铱配合电致发光材料,其结构式如化学式1所示:



化学式1

[0008] 其中, R_1 、 R_2 分别表示单、二、三取代基或无取代基; R_3 表示单、二、三、四取代基或无取代基;

[0009] R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 各自独立地选自由以下取代基团组成的群组: 氢、氘、卤素、氰基、 CF_3 、硅烷基、酰基、羰基、羧酸基、酯基、腈基、硫基、亚磺酰基、磺酰基、膦基、取代或非取代的烷基、取代或非取代的环烷基、取代或非取代的杂环烷基、取代或非取代的烷氧基、取代或非取代的烯基、取代或非取代的炔基、烷基氨基、芳基氨基、取代或非取代的芳基、芳氧基、或者取代或非取代的杂芳基。

[0010] 在上述技术方案中, 优选 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 各自独立地自由以下取代基团组成的群组: 氢、氘、卤素、氰基、取代或非取代的烷基、取代或非取代的芳基、取代或非取代的杂芳基。

[0011] 在上述技术方案中, 进一步优选 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 各自独立地选自由以下取代基团组成的群组: 取代或非取代的C1~C30烷基、取代或非取代的C3~C30环烷基、取代或非取代的C3~C30杂环烷基、取代或非取代的C1~C8烷氧基、取代或非取代的C2~C6烯基、取代或非取代的C2~C6炔基、C1~C30烷基氨基、C6~C30芳基氨基、取代或非取代的C6~C30芳基、C6~C30芳氧基、或者取代或非取代的C4~C12杂芳基。

[0012] 在上述技术方案中, 优选 R_1 、 R_2 、 R_3 各自独立的与所在环上其他取代基相互形成取代或非取代的C3~C30环烷基、取代或非取代的C3~C30杂环烷基、取代或非取代的C6~C18芳环、或者取代或非取代的C4~C18杂芳环。

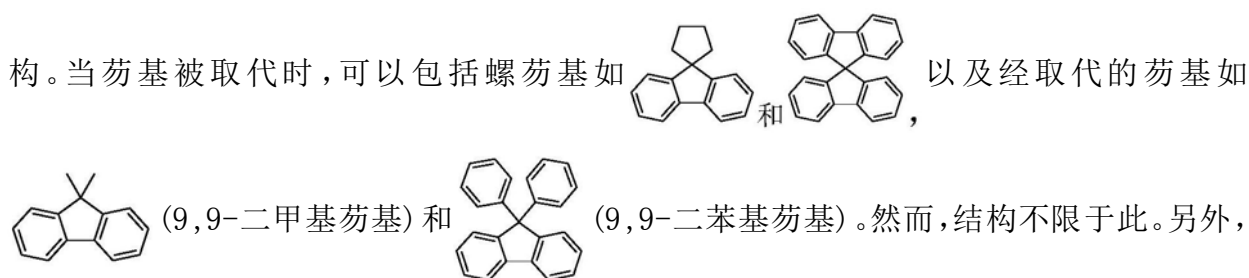
[0013] 在上述技术方案中, 优选 R_1 、 R_2 、 R_3 之间相互形成取代或非取代的C3~C30环烷基、C3~C30杂环烷基、取代或非取代的C6~C18芳环、或者取代或非取代的C4~C18杂芳环。

[0014] 本发明所述烷基为直链烷基、支链烷基; 优选的烷基为碳数1~8的烷基, 包括甲基、乙基、丙基、异丙基、丁基、异丁基、叔丁基; 所述的环烷基上的碳原子可被至少一个杂原子取代, 杂原子为N、O、S、Si、Se、Ge中的至少一种, 优选为N、O、S。另外, 烷基可以是任选地被取代的。

[0015] 本发明所述环烷基包括单环、多环、螺烷基。优选为C3~C15的环烷基,包括环丙基、环戊基、环己基、金刚烷胺基等。环烷基可以是任选地被取代。

[0016] 本发明所述杂环烷基为至少含有一个杂原子的环烷基。杂环烷基中的杂原子至少一个选自N、O、S、P、B、Si、Se、Ge,但不限于此,优选为N、O、S;杂环烷基可以是任选地被取代的。优选的杂环烷基是含有包括至少一个杂原子的3到7个环原子的杂环烷基,并且包括环胺,如吗啉基、哌啶基、吡咯烷基、四氢呋喃、四氢吡喃等。

[0017] 本发明所述“芳基”涵盖单环基团和多环系统。多环可以具有其中两个碳为两个邻接环共用的两个或更多个环,其中所述环中的至少一者是芳香族的,例如其它环可以是环烷基、环烯基、芳基、杂芳基。芳基优选为碳数为6~20的芳基,包括苯、联苯、三联苯、萘、蒽、菲、芘、苝等;在本发明中,苝基可以被取代,并且两个取代基可以彼此键合以形成螺环结构。当苝基被取代时,可以包括螺苝基如



芳基可以是任选地被取代的。

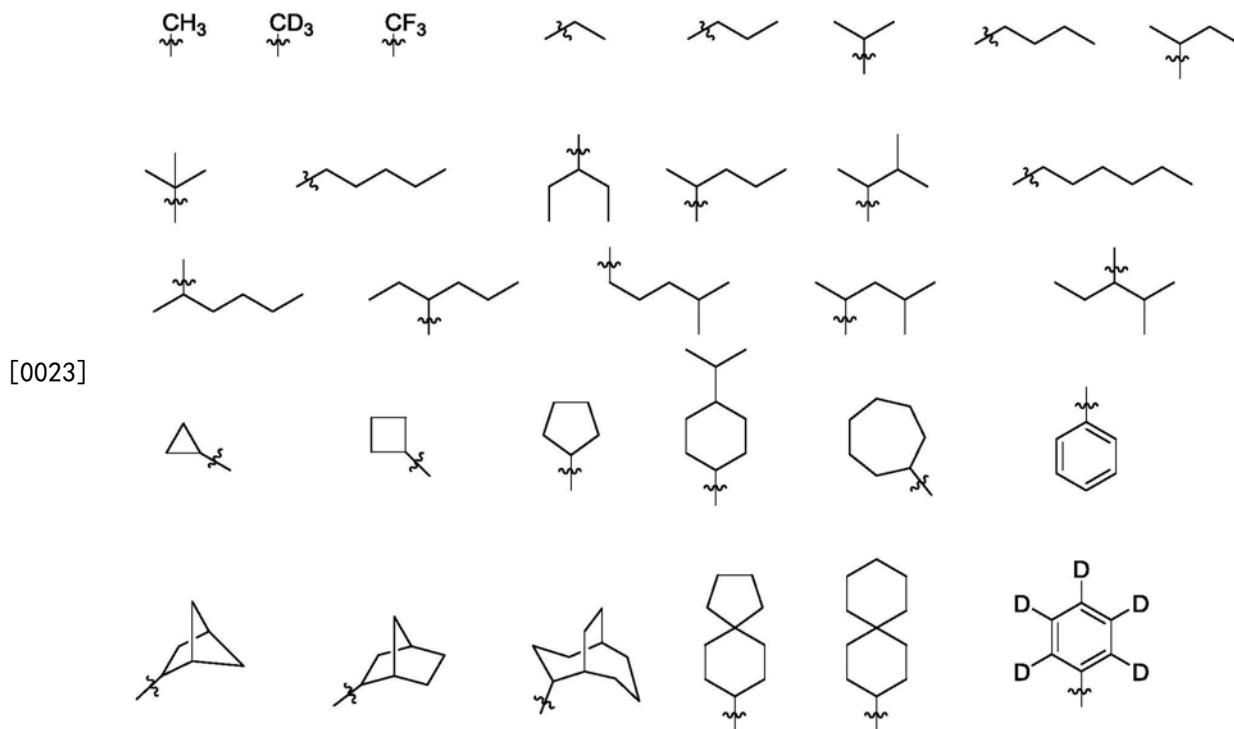
[0018] 本发明所述“杂芳基”包括一到三个杂原子的单环杂芳香族基团,例如吡咯、呋喃、噻吩、咪唑、噁唑、噻唑、三唑、吡唑、吡啶、吡嗪和嘧啶等。杂芳基还包括具有其中两个原子(碳原子或杂原子)为两个邻接环共用的两个或更多个环的多环系统,其中所述环中的至少一者是杂芳基,其它环可以是环烷基、环烯基、芳基、杂环烷基或杂芳基。杂芳基中的杂原子至少一个选自N、O、S、P、B、Si、Se、Ge,但不限于此,优选为N、O、S;杂芳基可以是任选地被取代的。

[0019] 本发明所述“卤素”包括氟、氯、溴、碘。

[0020] 本发明的R₁~R₆可以无取代或者任意地被一个或者多个选自由以下组成的群组的取代基取代:氢、氘、卤素、酰基、羰基、羧酸基、醚基、酯基、腈基、硫基、亚磺酰基、磺酰基、膦基、烷基、烷氧基、芳氧基、烷基氨基、芳基氨基、硅烷基、烯基、炔基、芳基、杂芳基、螺环基。优选的为氢、卤素、氘、烷基氨基、芳基氨基、氰基、硝基、羟基、巯基、烷基的一种或几种。

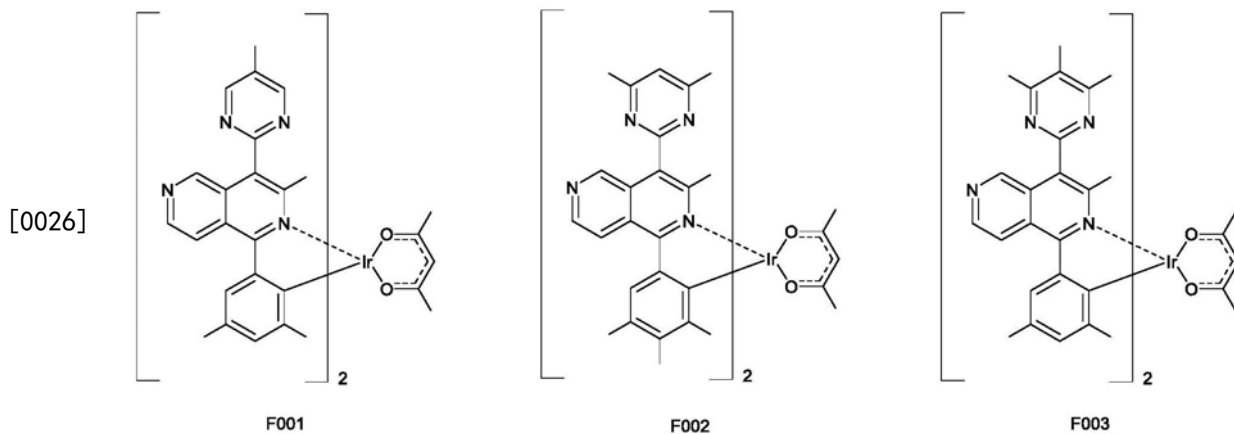
[0021] 本发明中“取代”意指与化合物的碳原子键合的氢原子变成另外的取代基,并且取代的位置没有限制,只要该位置为氢原子被取代的位置(即,取代基可以取代的位置)即可,并且当两个或更多个取代基取代时,两个或更多个取代基可以彼此相同或不同。

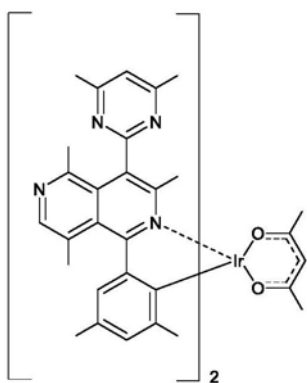
[0022] 在上述技术方案中,R₁~R₆具体的优选自由以下结构组成的群组:



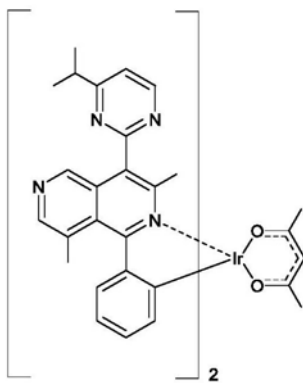
[0024] 其中 \sim 为连接位置。

[0025] 在上述技术方案中,优选所述铱配合电致发光材料选自以下结构中的任意一种:

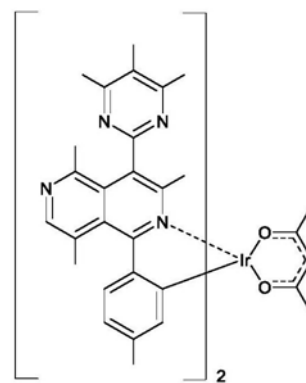




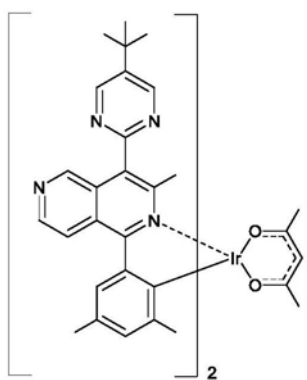
F004



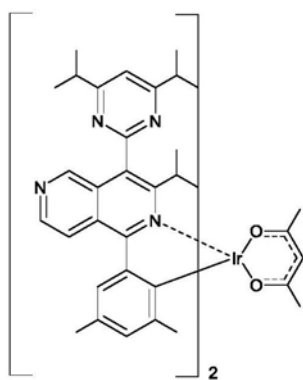
F005



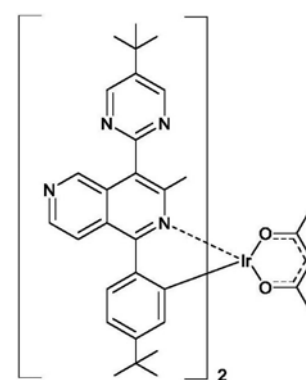
F006



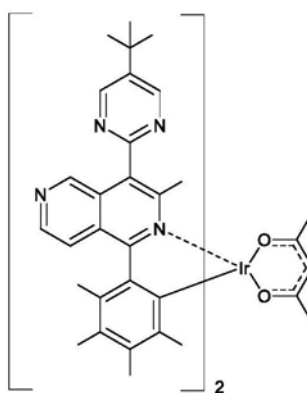
F007



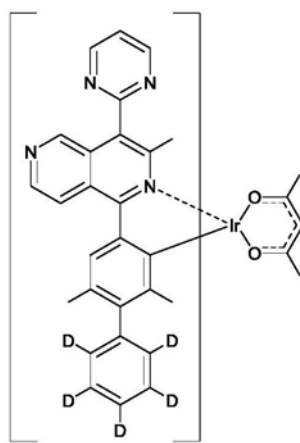
F008



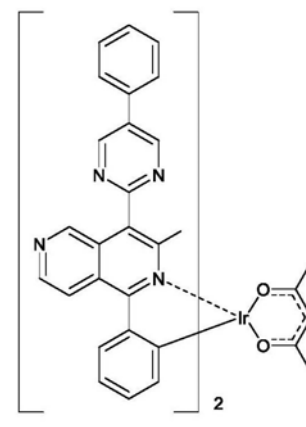
F009



F010

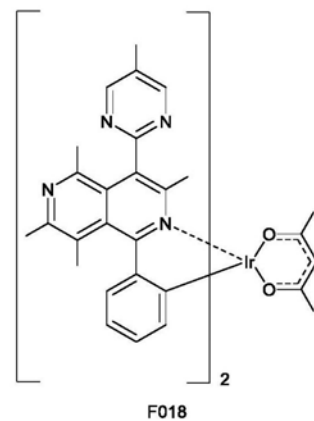
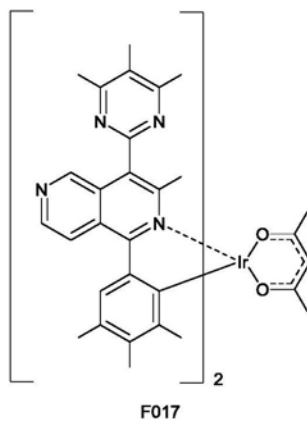
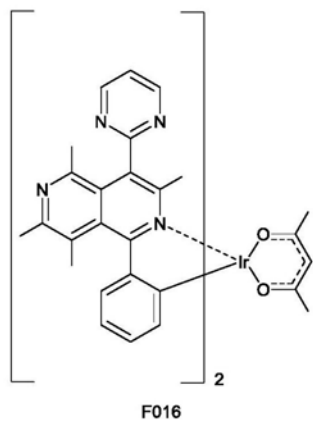
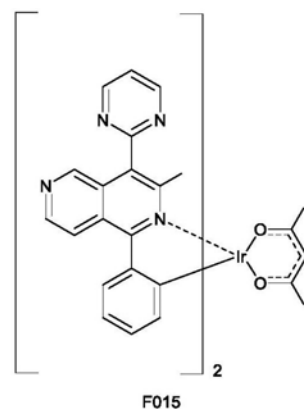
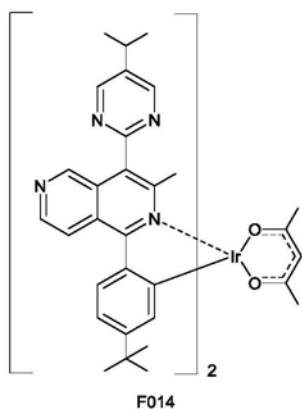
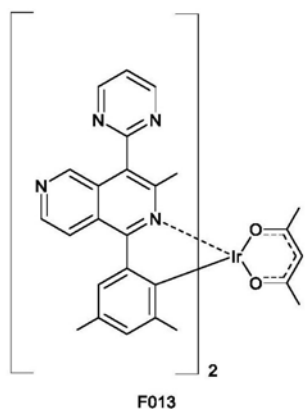


F011

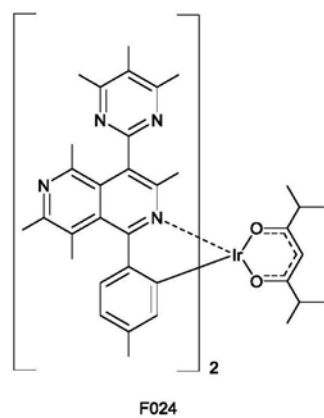
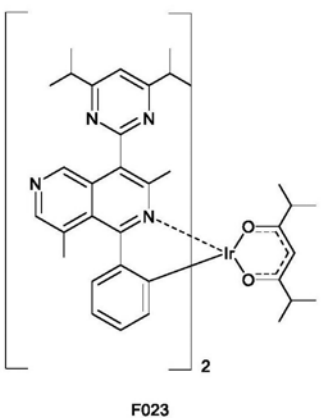
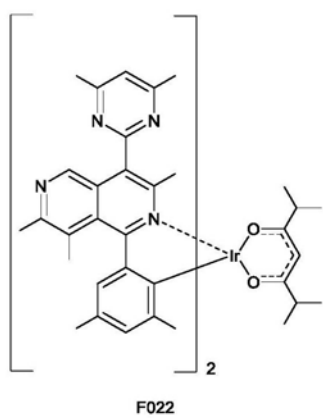
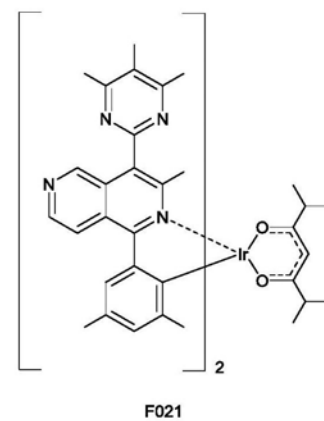
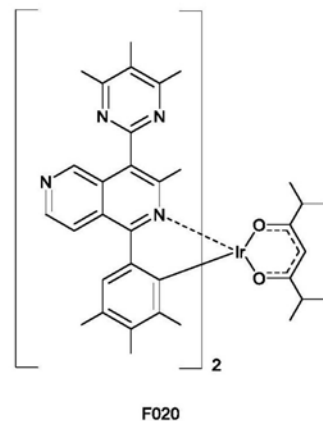
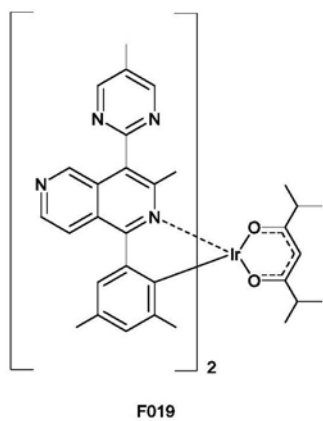


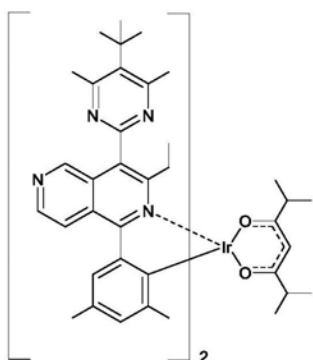
F012

[0027]

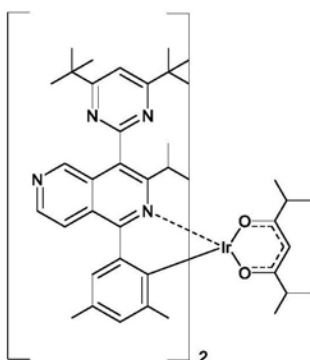


[0028]

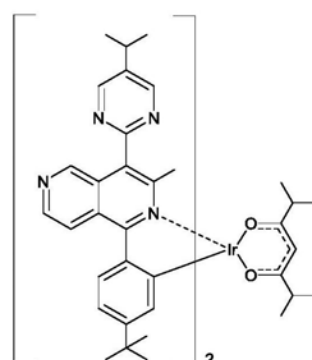




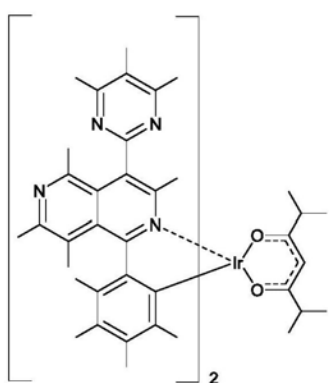
F025



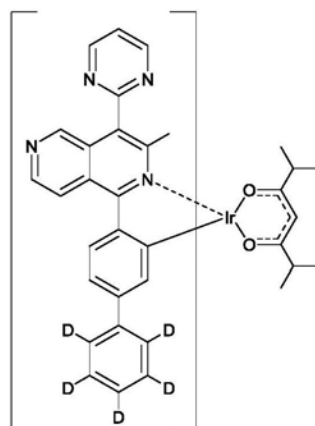
F026



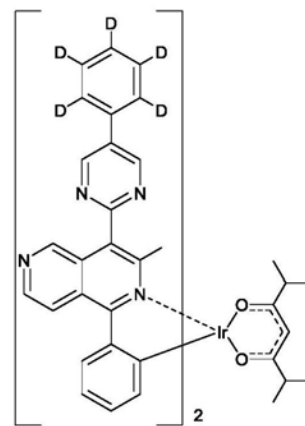
F027



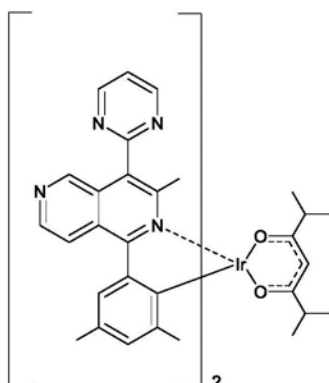
F028



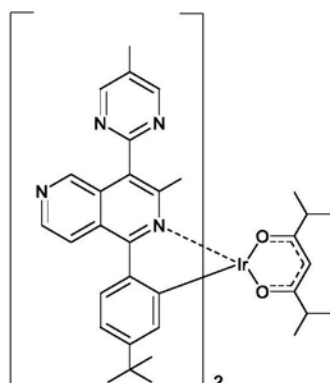
F029



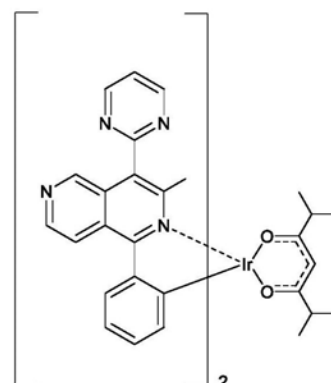
F030



F031

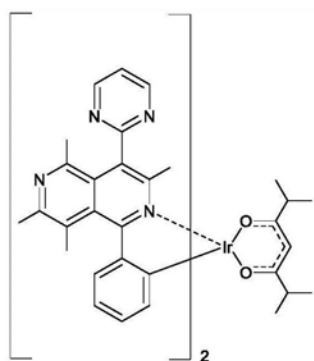


F032

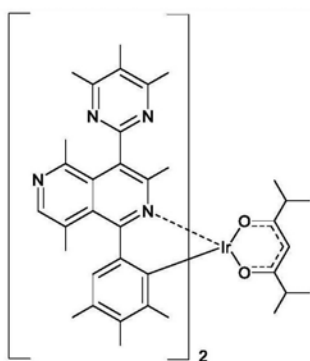


F033

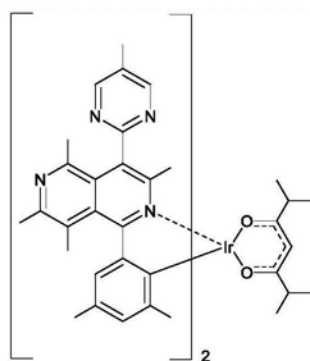
[0029]



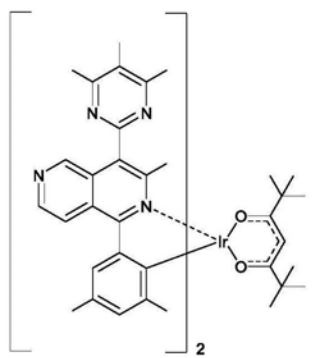
F034



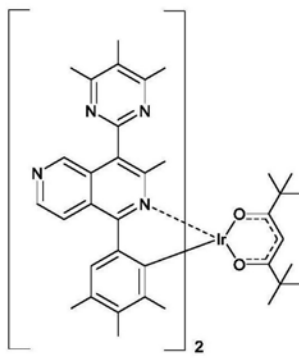
F035



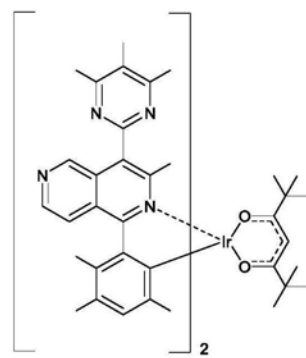
F036



F037

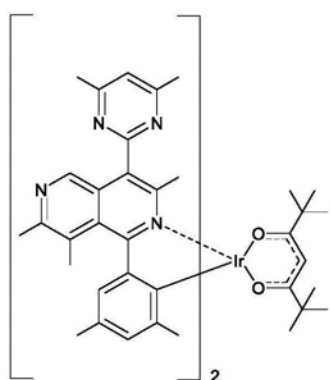


F038

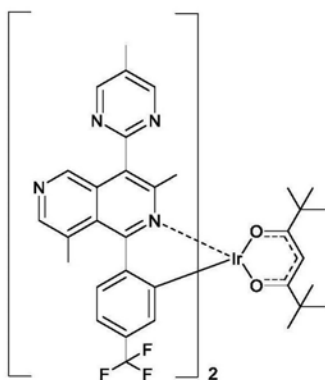


F039

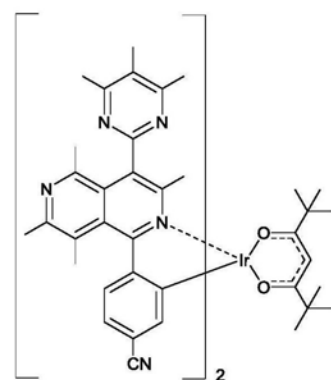
[0030]



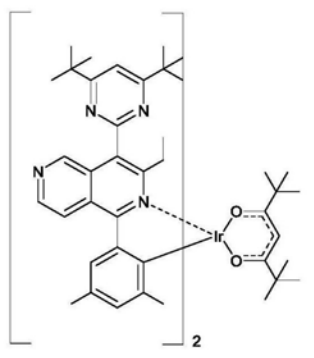
F040



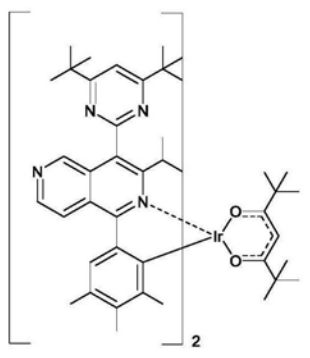
F041



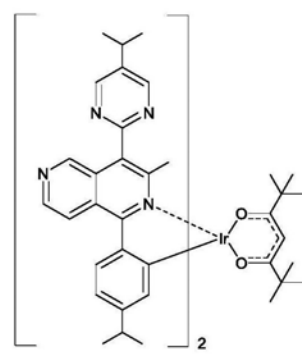
F042



F043

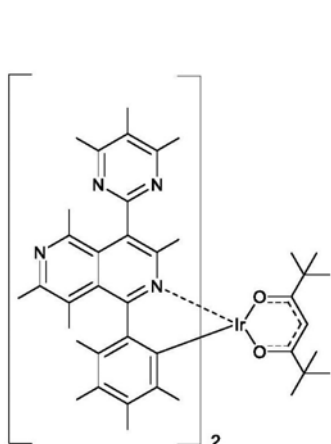


F044

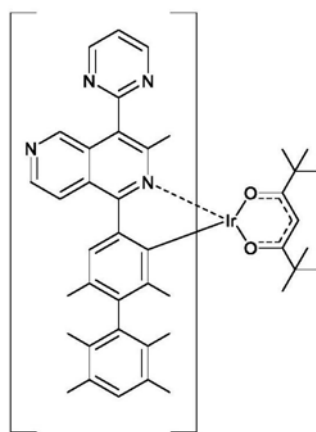


F045

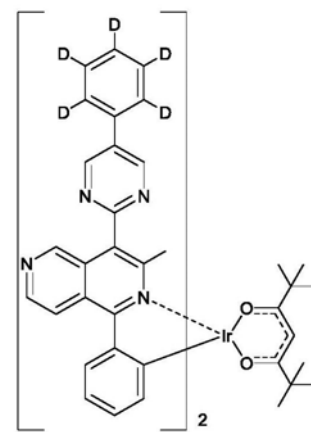
[0031]



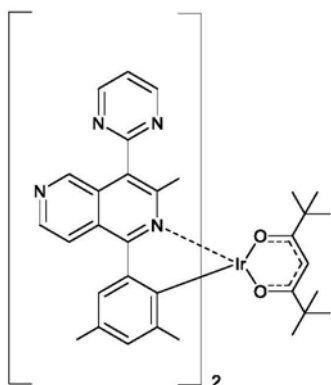
F046



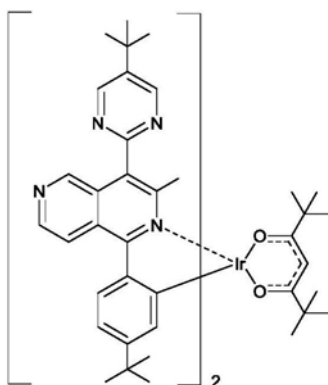
F047



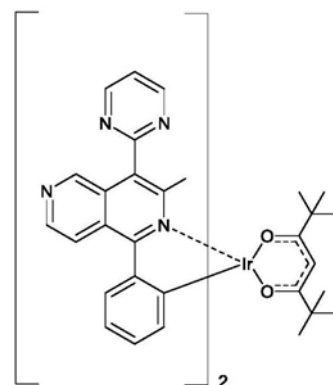
F048



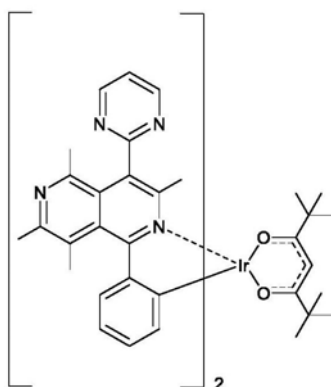
F049



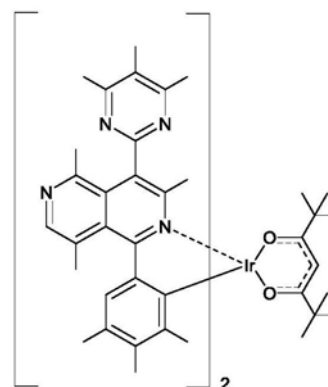
F050



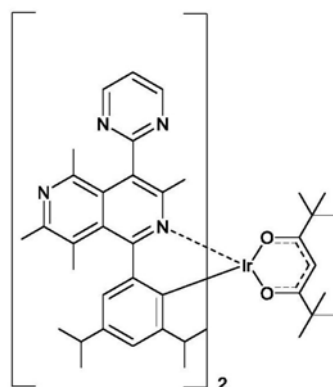
F051



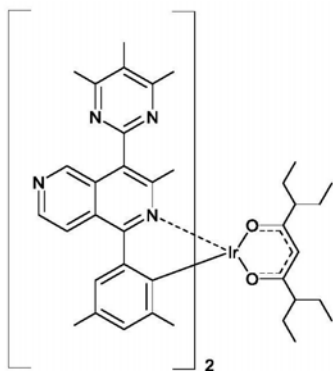
F052



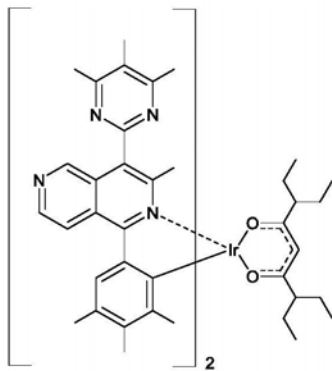
F053



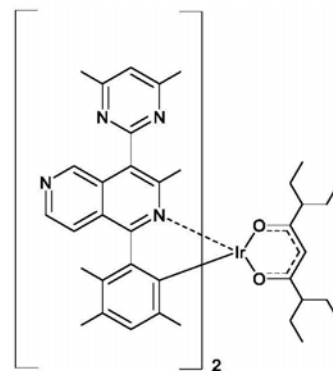
F054



F055

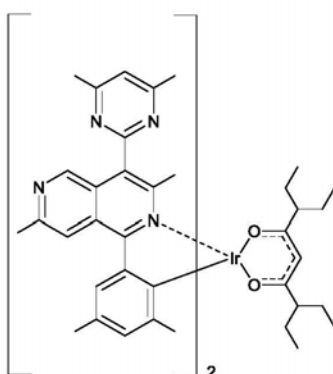


F056

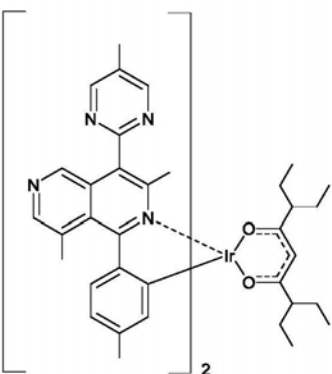


F057

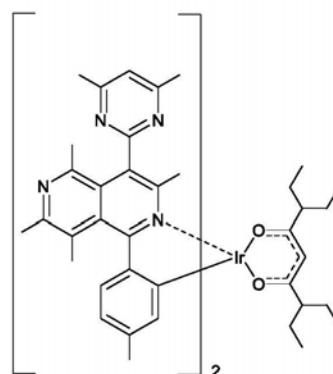
[0032]



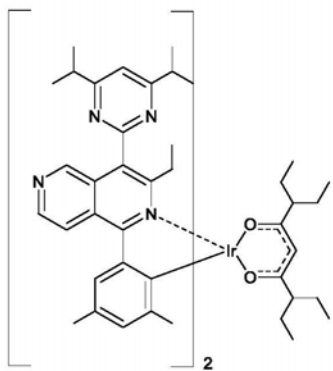
F058



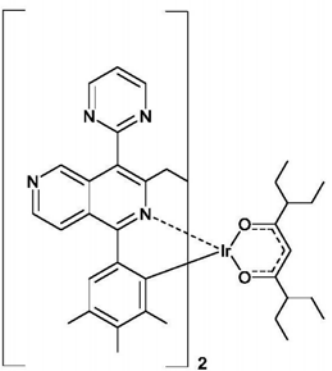
F059



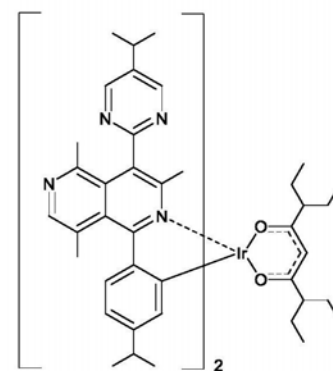
F060



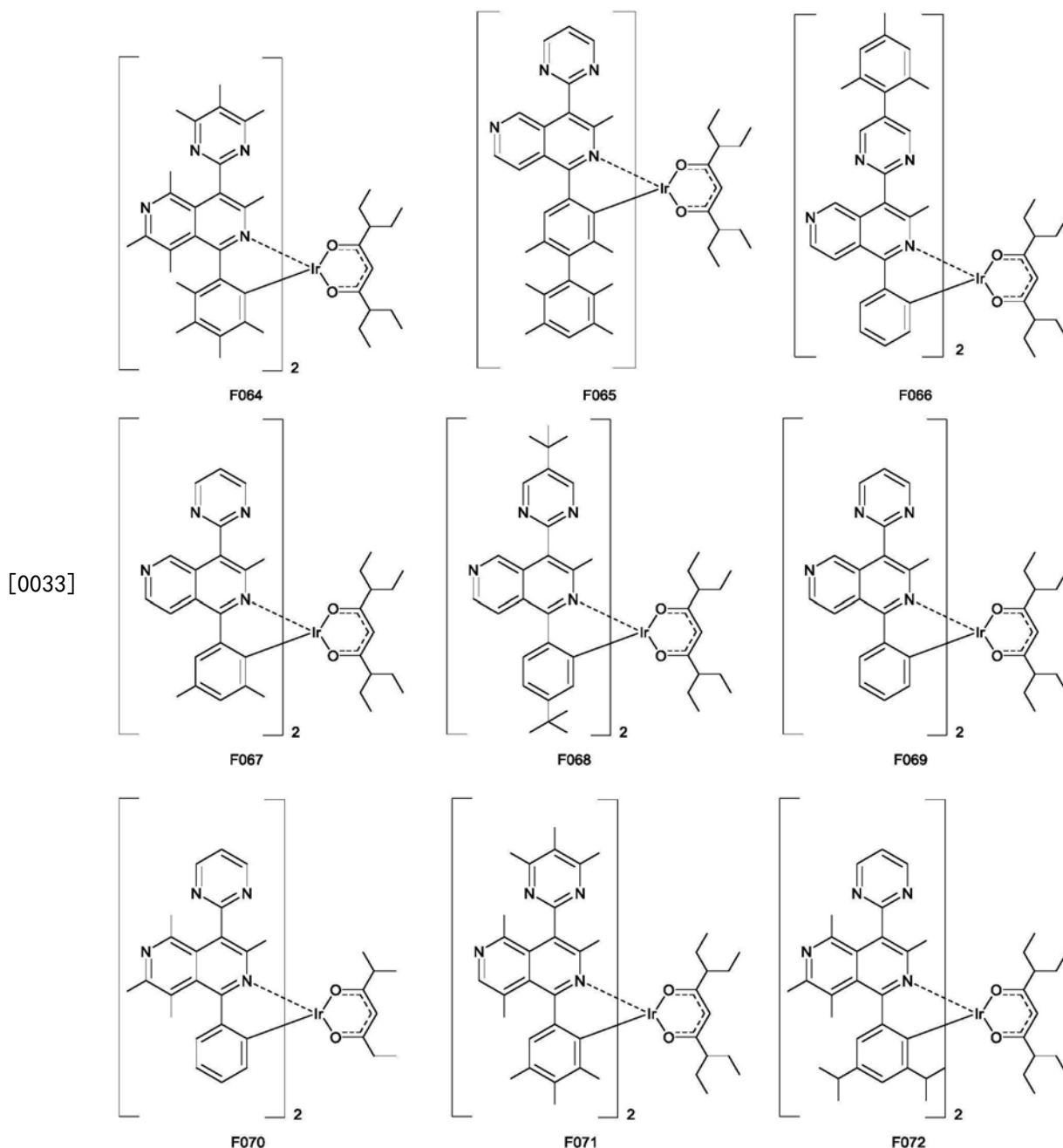
F061



F062



F063



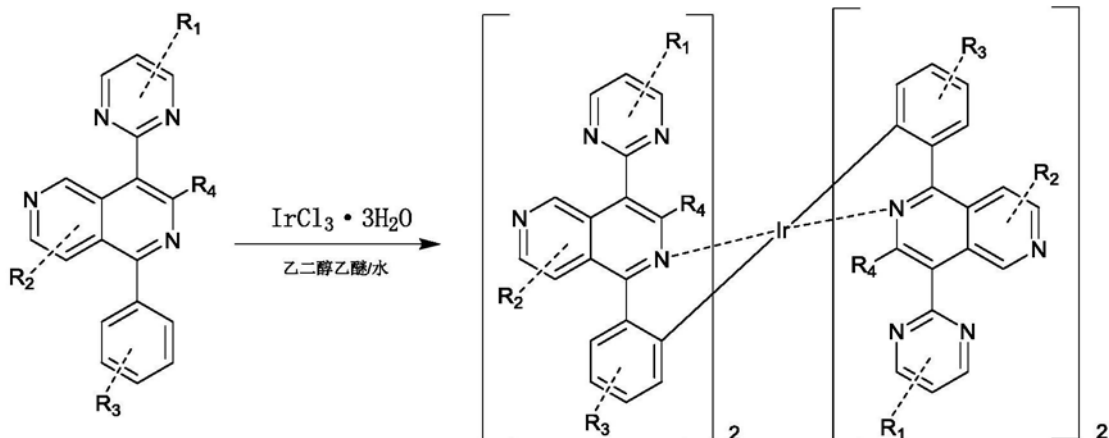
[0034] 以上仅列举了一些具体的结构形式,但是这系列化合物不局限上述分子结构,凡是这些基团及其取代的这些基团和取代位置的简单变换就可以得到其他具体的分子结构,在此不再一一赘述。

[0035] 本发明还提供一种铱配合电致发光材料的制备方法,包括以下步骤:

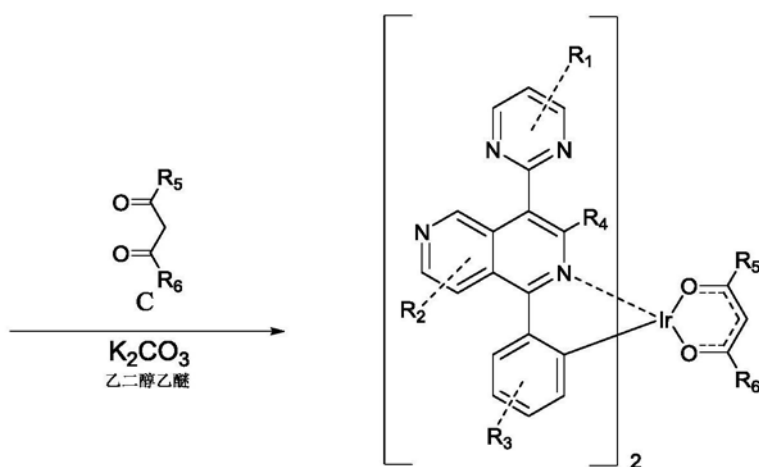
[0036] 步骤1、将原料A与三氯化铱加入乙二醇乙醚/水的混合溶剂中,充分反应,制得桥联配体中间体B;

[0037] 步骤2、将中间体B与中间体C,加入碳酸钾、及乙二醇乙醚,充分反应,制得化学式1所述的铱配合电致发光材料;

[0038] 其合成路线如下:



[0039]



化学式1

[0040] 其中, $R_1 \sim R_6$ 及其各自的取代基数量与化学式1中限定的范围一致, 这里不再赘述。

[0041] 本发明还提供一种包含本发明化学式1所示的铱配合电致发光材料的有机电致发光器件。

[0042] 所述的有机电致发光器件包括: 第一电极、第二电极和置于两电极之间的一个或者更多个有机层, 其中, 所述有机层的一个或更多个层包含有本发明化学式1所示的铱配合电致发光材料; 本发明化学式1所示的铱配合电致发光材料可以是单一形态或与其它物质混合存在于有机层中。

[0043] 所述有机层至少包括空穴注入层、空穴传输层、既具备空穴注入又具备空穴传输技能层、电子阻挡层、发光层、空穴阻挡层、电子传输层、电子注入层和既具备电子传输又具备电子注入技能层中的一种或几种。

[0044] 所述有机电致发光器件包括至少一层功能层含有本发明化学式1所示的铱配合电致发光材料。

[0045] 所述有机电致发光器件, 包括发光层, 所述发光层含有本发明化学式1所示的铱配合电致发光材料。优选所述有机电致发光器件的发光层包括主体材料和掺杂材料, 主体材料包含荧光主体和磷光主体, 所述掺杂材料为本发明化学式1所示的铱配合电致发光材料。进一步优选发光层主体材料与掺杂材料的混合比例为90:10~99.5:0.5, 但不限于此。

[0046] 有机物层可以具有包括空穴注入层、空穴传输层、发光层、电子传输层等的多层结构,然而,结构不限于此,并且有机物层可以具有单层结构。在制造有机电致发光器件时,可以通过溶液涂覆法和真空沉积法使基于化学式1所示的化合物形成有机物层。在此,溶液涂覆法意指旋涂、浸涂、喷墨印刷、丝网印刷、喷洒法等,但不限于此。

[0047] 本发明所述的器件可以用于有机发光器件、有机太阳能电池、电子纸、有机感光体或有机薄膜晶体管。

[0048] 作为阳极材料,通常优选具有大功函数的材料使得空穴顺利注入有机物层。在本发明中能够使用的阳极材料的具体实例包括:金属,例如钪、铬、铜、锌和金,或其合金;金属氧化物,例如氧化锌、氧化铟、氧化铟锡(ITO)和氧化铟锌(IZO);金属和氧化物的组合,例如ZnO:Al或SnO₂:Sb;导电聚合物,例如聚(3-甲基噻吩)、聚[3,4-(乙烯-1,2-二氧)噻吩](PEDOT)、聚吡咯和聚苯胺,但不限于此。

[0049] 作为阴极材料,通常优选具有小功函数的材料使得电子顺利注入有机物层。阴极材料的具体实例包括:金属,例如镁、钙、钠、钾、钛、铟、钪、锂、钪、铝、银、锡和铅,或其合金;多层结构材料,例如LiF/Al或LiO₂/Al;等等,但不限于此。

[0050] 空穴注入材料是利地在低电压下接收来自阳极的空穴的材料,并且空穴注入材料的最高占据分子轨道(HOMO)优选地在阳极材料的功函数与周围有机材料层的HOMO之间。空穴注入材料的具体实例包括金属卟啉、低聚噻吩、基于芳基胺的有机材料、基于六腈六氮杂苯并菲的有机材料、基于喹吖啶酮的有机材料、基于茈的有机材料、蒽醌、以及基于聚苯胺和基于聚噻吩的导电聚合物等,但不限于此,并且还可以包含能够进行p掺杂的另外的化合物。

[0051] 空穴传输材料是能够接收来自阳极或空穴注入层的空穴并将空穴传输至发光层的材料,并且具有高空穴迁移率的材料是合适的。其具体实例包括基于芳基胺的有机材料、导电聚合物、同时具有共轭部分和非共轭部分的嵌段共聚物等,但不限于此。

[0052] 电子阻挡层可以设置在空穴传输层与发光层之间。作为电子阻挡层,可以使用本领域中已知的材料,例如基于芳基胺的有机材料。

[0053] 发光层可以发射红色、绿色或蓝色的光,并且可以由磷光材料或荧光材料形成。发光材料是能够通过接收分别来自空穴传输层和电子传输层的空穴和电子并使空穴与电子结合而发出在可见光区域内的光的材料,并且优选为对荧光或磷光具有有利的量子效率的材料。其具体实例包括:8-羟基喹啉铝配(Alq₃);基于咔唑的化合物;二聚苯乙烯基化合物;BA1q;10-羟基苯并喹啉-金属化合物;基于苯并唑、基于苯并噻唑和基于苯并咪唑的化合物;基于聚(对亚苯基亚乙烯基)(PPV)的聚合物;螺环化合物;聚芴;红荧烯等,但不限于此。

[0054] 发光层的主体材料包括稠合芳族环衍生物、含杂环的化合物等。具体地,稠合芳族环衍生物包括蒽衍生物、芘衍生物、萘衍生物、并五苯衍生物、菲化合物、荧蒽化合物等,含杂环的化合物包括咔唑衍生物、二苯并呋喃衍生物、梯子型呋喃化合物、嘧啶衍生物等,然而,材料不限于此。

[0055] 用作发光层的掺杂剂的基于铱的配合物。其包括本发明中化学式1所示的铱配合电致发光材料。

[0056] 空穴阻挡层可以设置在电子传输层与发光层之间,并且可以使用本领域中已知的材料,例如基于三嗪的化合物。

[0057] 电子传输层可以起到促进电子传输的作用。电子传输材料是有效地接收来自阴极的电子并将电子传输至发光层的材料,具有高电子迁移率的材料是合适的。其具体实例包括:8-羟基喹啉的Al配合物;包含Alq₃的配合物;有机自由基化合物;羟基黄酮-金属配合物;等等,但不限于此。电子传输层的厚度可以为1nm至50nm。厚度为1nm或更大的电子传输层具有防止电子传输特性下降的优点,并且厚度为50nm或更小具有防止由电子传输层太厚引起的用于增强电子迁移的驱动电压增加的优点。

[0058] 电子注入层可以起到促进电子注入的作用。电子注入材料优选为这样的化合物:其具有传输电子的能力,具有来自阴极的注入电子效应,对发光层或发光材料具有优异的电子注入效应,防止发光层中产生的激子迁移至空穴注入层,并且除此之外,具有优异的薄膜形成能力。其具体实例包括茚酮、蒽醌二甲烷、联苯醌、噻喃二氧化物、唑、二唑、三唑、咪唑、茼四羧酸、亚茼基甲烷、蒽酮等及其衍生物,金属配合物,含氮5元环衍生物等,但不限于此。

[0059] 根据所使用的材料,根据本发明的有机电致发光器件可以为顶部发射型、底部发射型或双侧发射型。

[0060] 本发明的有益效果是:

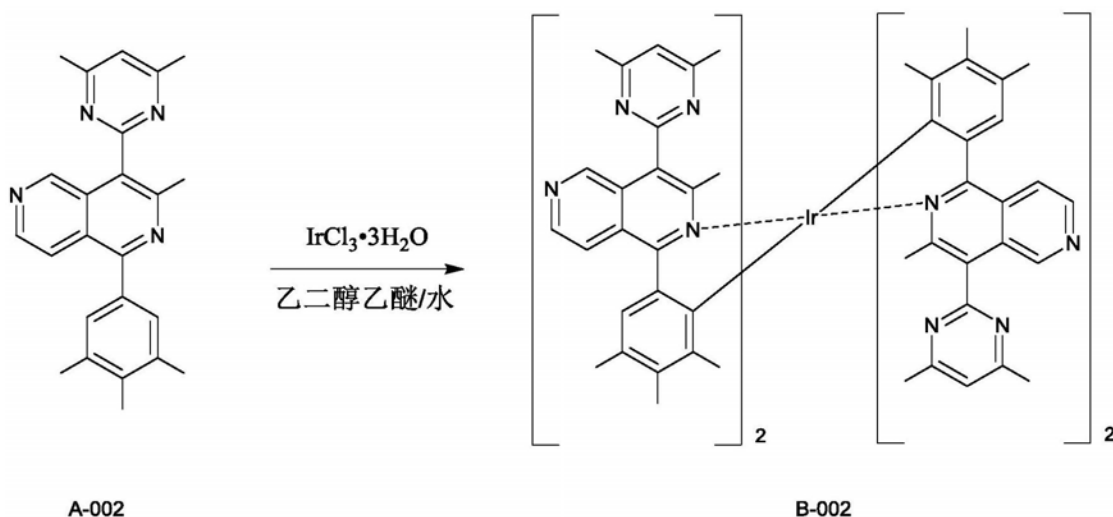
[0061] 本发明提供的铱配合电致发光材料,是一种新型结构的铱金属配合物,通过选择特定的杂环的配体结合,调节化合物的波长,得到的有机金属化合物在用于有机电致发光器件后,使得器件的发光效率以及亮度提高。

[0062] 本发明提供的铱配合电致发光材料的制备方法,制备步骤简单,产物纯度高。

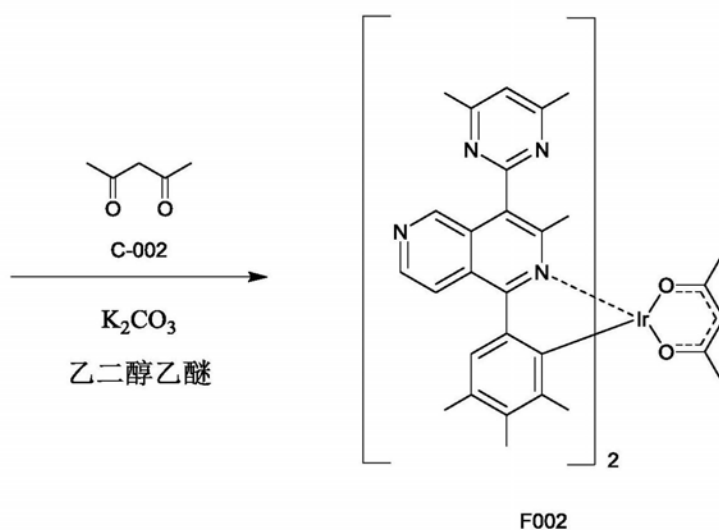
具体实施方式

[0063] 为了更进一步描述本发明的方法,以下列举更详尽的实施例进行说明。

[0064] 实施例1制备化合物F002



[0065]



[0066] 步骤1、在氮气保护体系下,称取A-002 (54.28mmol, 20g), $\text{IrCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (18.09mmol, 6.38g) 放入反应体系中,加入600mL乙二醇乙醚和200mL纯净水的混合溶液,氮气保护下回流24小时,然后冷却到室温,有沉淀析出,将沉淀抽滤,用水、无水乙醇、石油醚依次冲洗烘干,得到红色粉末的桥联配体B-002 (10.5g, 产率为60.3%)。

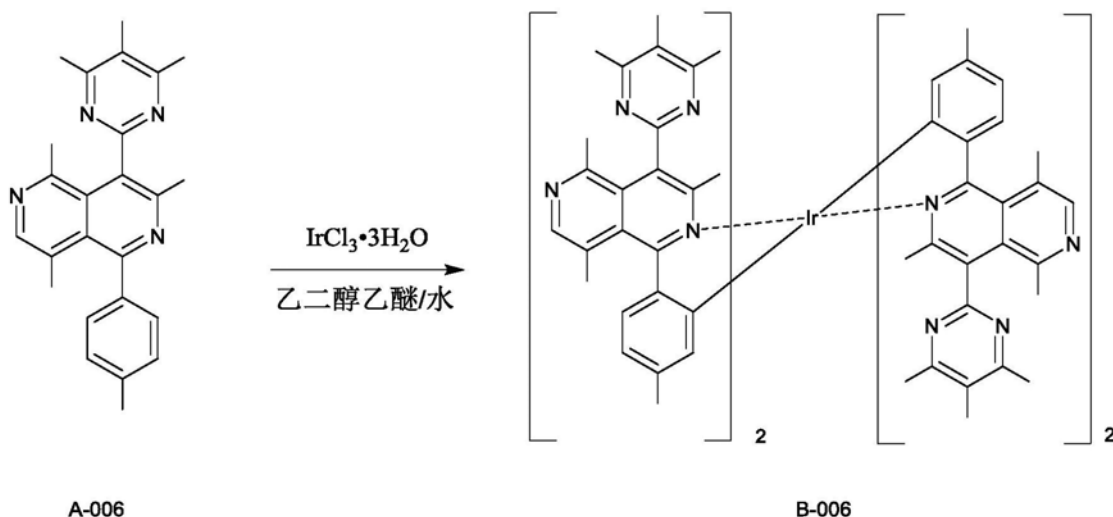
[0067] 步骤2、称取中间体B-002 (5.45mmol, 10.5g), 加入配体C-002 (16.36mmol, 1.64g), 再向体系中加入乙二醇乙醚250mL和碳酸钾 (54.54mmol, 7.54g), 氮气保护下, 120℃搅拌24小时, 抽滤, 醇洗, 烘干, 用二氯甲烷做溶剂, 用硅胶柱层析, 滤液浓缩固体析出, 得到最终红色的化合物F002 (5.5g, 产率49.1%)。

[0068] HPLC纯度: 大于99%。

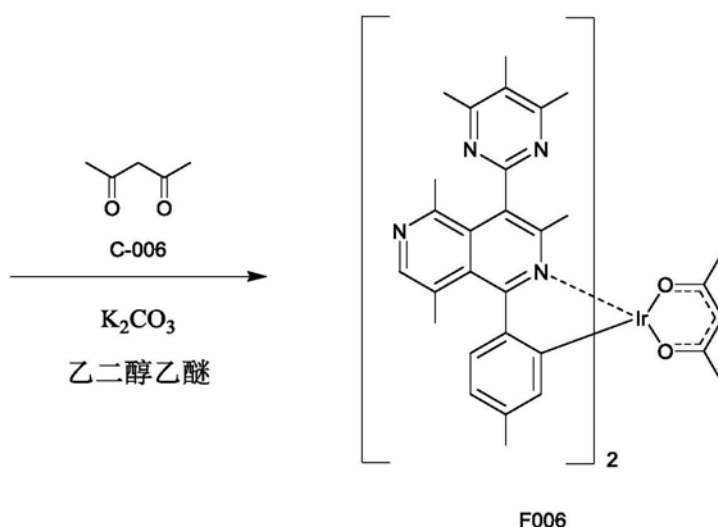
[0069] 质谱: 计算值为1026.28; 测试值为1026.39。

[0070] 元素分析: 计算值C: 62.03%; H: 5.21%; N: 10.92%; O: 3.12%; Ir: 18.73%; 测试值为: C: 62.05%; H: 5.22%; N: 10.90%; O: 3.10%; Ir: 18.74%。

[0071] 实施例2制备化合物F006



[0072]



[0073] 步骤1、在氮气保护体系下,称取A-006 (52.29mmol, 20g), $\text{IrCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (17.43mmol, 6.15g) 放入反应体系中,加入600mL乙二醇乙醚和200mL纯净水的混合溶液,氮气保护下回流24小时,然后冷却到室温,有沉淀析出,将沉淀抽滤,用水、无水乙醇、石油醚依次冲洗烘干,得到红色粉末的桥联配体B-006 (10.3g, 产率为59.65%)。

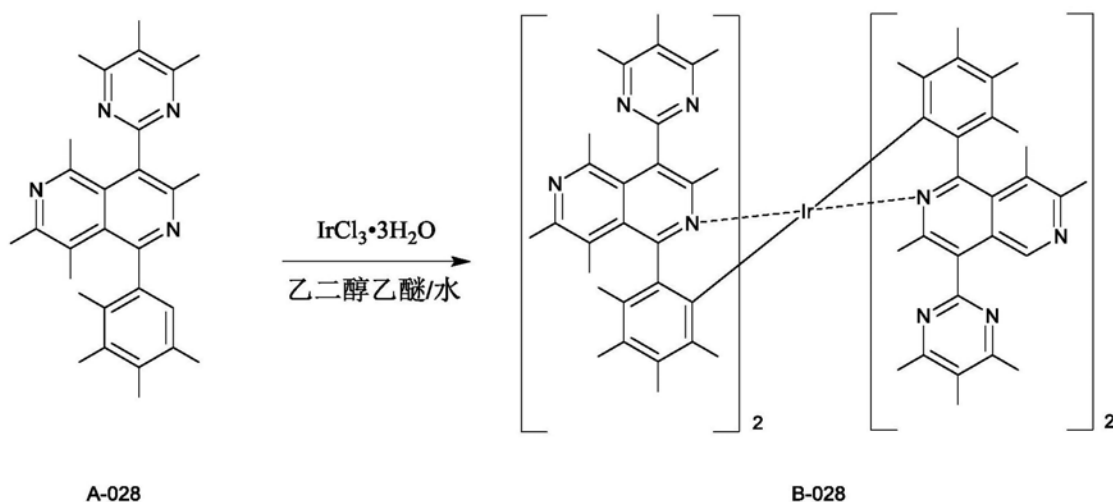
[0074] 步骤2、称取中间体B-006 (5.2mmol, 10.3g), 加入配体C-006 (15.6mmol, 1.56g), 再向体系中加入乙二醇乙醚250mL和碳酸钾 (51.98mmol, 7.18g), 氮气保护下, 120℃搅拌24小时, 抽滤, 醇洗, 烘干, 用二氯甲烷做溶剂, 用硅胶柱层析, 滤液浓缩固体析出, 得到最终红色的化合物F006 (5.3g, 产率48.4%)。

[0075] HPLC纯度: 大于99%。

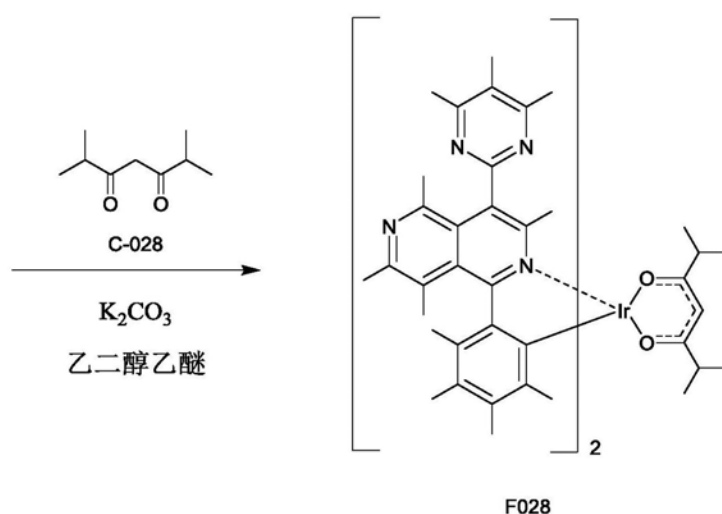
[0076] 质谱: 计算值为1054.33; 测试值为1054.42。

[0077] 元素分析: 计算值C: 62.66%; H: 5.45%; N: 10.63%; O: 3.03%; Ir: 18.23%; 测试值为: C: 62.65%; H: 5.46%; N: 10.64%; O: 3.04%; Ir: 18.21%。

[0078] 实施例3制备化合物F028



[0079]



[0080] 步骤1、在氮气保护体系下,称取A-028 (45.6mmol, 20g), $\text{IrCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (15.2mmol, 5.36g) 放入反应体系中,加入600mL乙二醇乙醚和200mL纯净水的混合溶液,氮气保护下回流24小时,然后冷却到室温,有沉淀析出,将沉淀抽滤,用水、无水乙醇、石油醚依次冲洗烘干,得到红色粉末的桥联配体B-028 (10g, 产率为59.66%)。

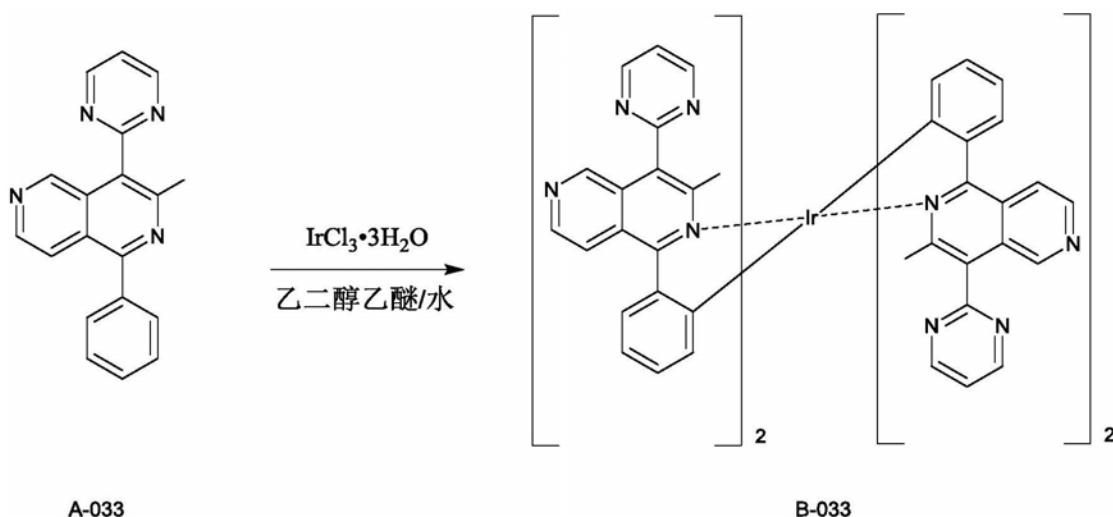
[0081] 步骤2、称取中间体B-028 (4.53mmol, 10g), 加入配体C-028 (13.6mmol, 2.12g), 再向体系中加乙二醇乙醚250mL和碳酸钾 (45.34mmol, 6.27g), 氮气保护下, 120℃搅拌24小时, 抽滤, 醇洗, 烘干, 用二氯甲烷做溶剂, 用硅胶柱层析, 滤液浓缩固体析出, 得到最终红色的化合物F028 (5.7g, 产率51.42%)。

[0082] HPLC纯度: 大于99%。

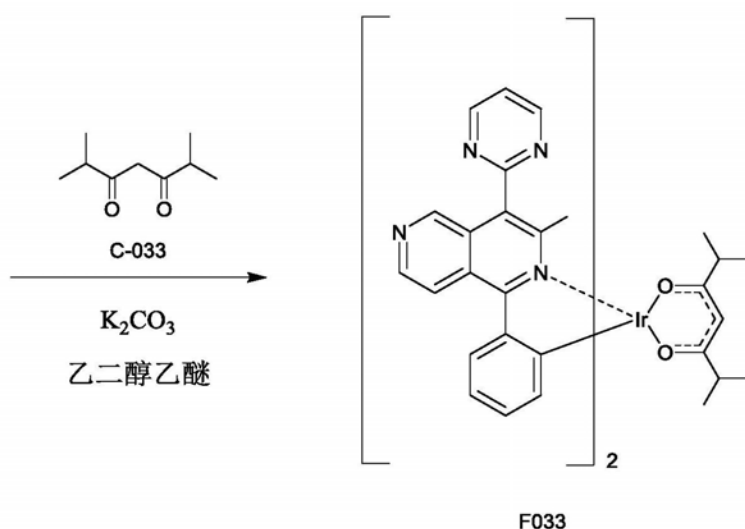
[0083] 质谱: 计算值为1222.66; 测试值为1222.61。

[0084] 元素分析: 计算值C: 65.82%; H: 6.68%; N: 9.16%; O: 2.62%; Ir: 15.22%; 测试值为: C: 65.83%; H: 6.67%; N: 9.17%; O: 2.63%; Ir: 15.70%。

[0085] 实施例4制备化合物F033



[0086]



[0087] 步骤1、在氮气保护体系下,称取A-033 (67.04mmol, 20g), $\text{IrCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (22.35mmol, 7.88g) 放入反应体系中,加入600mL乙二醇乙醚和200mL纯净水的混合溶液,氮气保护下回流24小时,然后冷却到室温,有沉淀析出,将沉淀抽滤,用水、无水乙醇、石油醚依次冲洗烘干,得到红色粉末的桥联配体B-033 (11g, 产率为59.86%)。

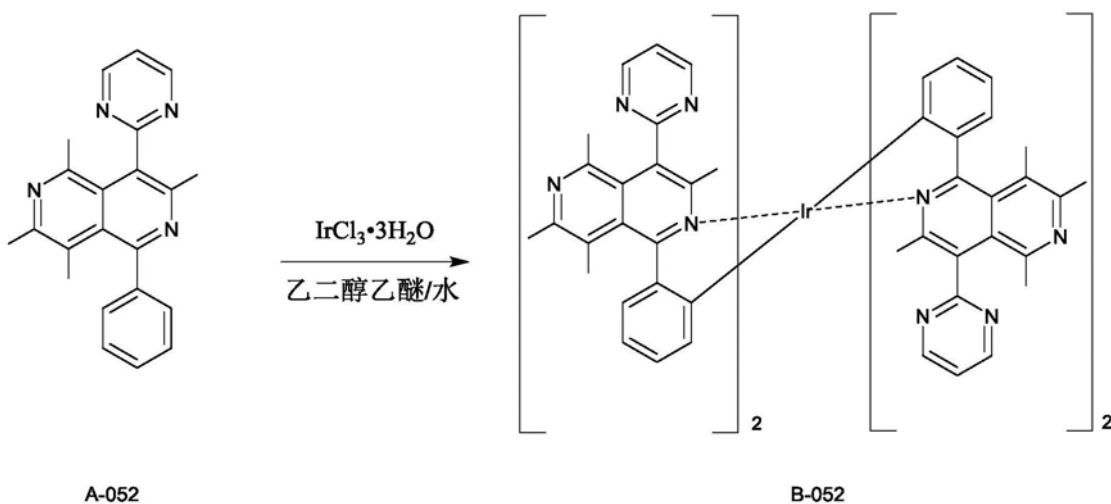
[0088] 步骤2、称取中间体B-033 (6.69mmol, 11g), 加入配体C-033 (20.06mmol, 3.13g), 再向体系中加入乙二醇乙醚250mL和碳酸钾 (66.88mmol, 9.24g), 氮气保护下, 120℃搅拌24小时, 抽滤, 醇洗, 烘干, 用二氯甲烷做溶剂, 用硅胶柱层析, 滤液浓缩固体析出, 得到最终红色的化合物F033 (6.5g, 产率51.58%)。

[0089] HPLC纯度: 大于99%。

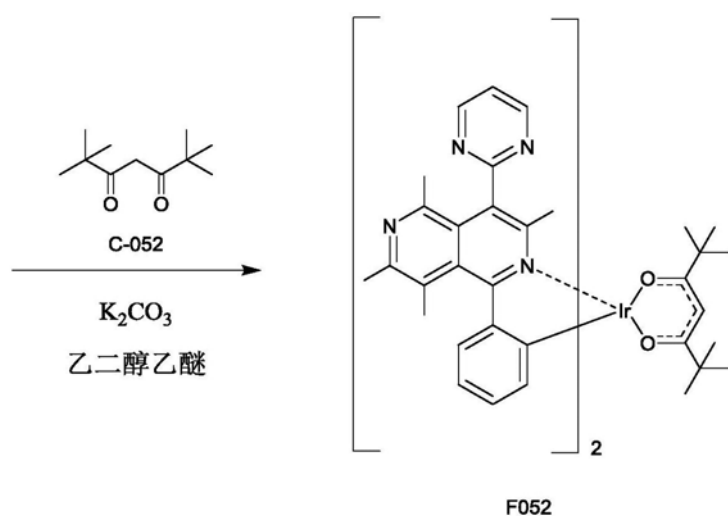
[0090] 质谱: 计算值为942.12; 测试值为942.30。

[0091] 元素分析: 计算值C: 59.92%; H: 4.39%; N: 11.89%; O: 3.40%; Ir: 20.4%; 测试值为: C: 59.94%; H: 4.38%; N: 11.88%; O: 3.41%; Ir: 20.39%。

[0092] 实施例5制备化合物F052



[0093]



[0094] 步骤1、在氮气保护体系下,称取A-052 (58.75mmol, 20g), $\text{IrCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (19.58mmol, 6.91g) 放入反应体系中,加入600mL乙二醇乙醚和200mL纯净水的混合溶液,氮气保护下回流24小时,然后冷却到室温,有沉淀析出,将沉淀抽滤,用水、无水乙醇、石油醚依次冲洗烘干,得到红色粉末的桥联配体B-052 (11g, 产率为61.96%)。

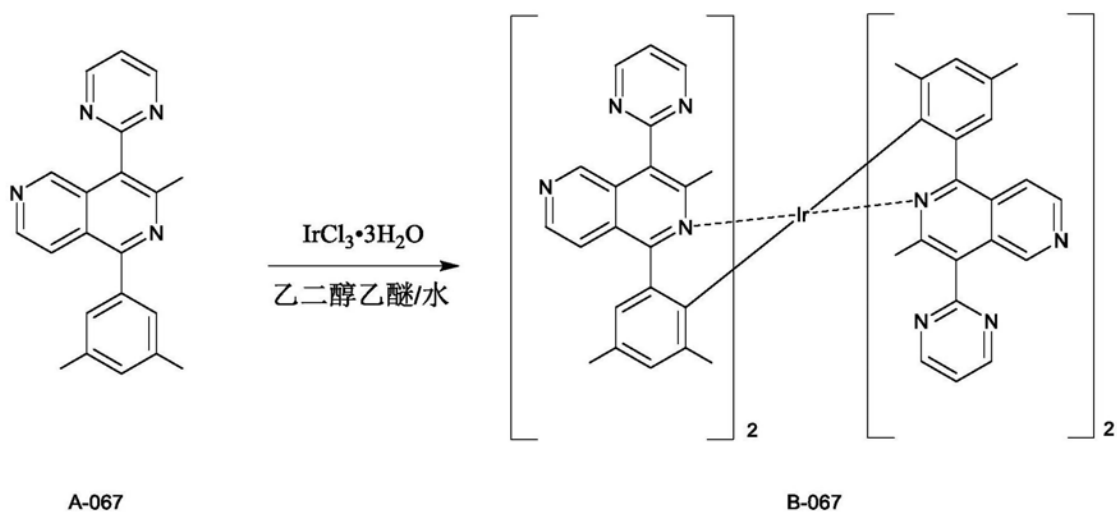
[0095] 步骤2、称取中间体B-052 (6.07mmol, 11g), 加入配体C-052 (18.2mmol, 3.35g), 再向体系中加入乙二醇乙醚250mL和碳酸钾 (60.67mmol, 8.39g), 氮气保护下, 120℃搅拌24小时, 抽滤, 醇洗, 烘干, 用二氯甲烷做溶剂, 用硅胶柱层析, 滤液浓缩固体析出, 得到最终红色的化合物F052 (6.5g, 产率50.81%)。

[0096] HPLC纯度: 大于99%。

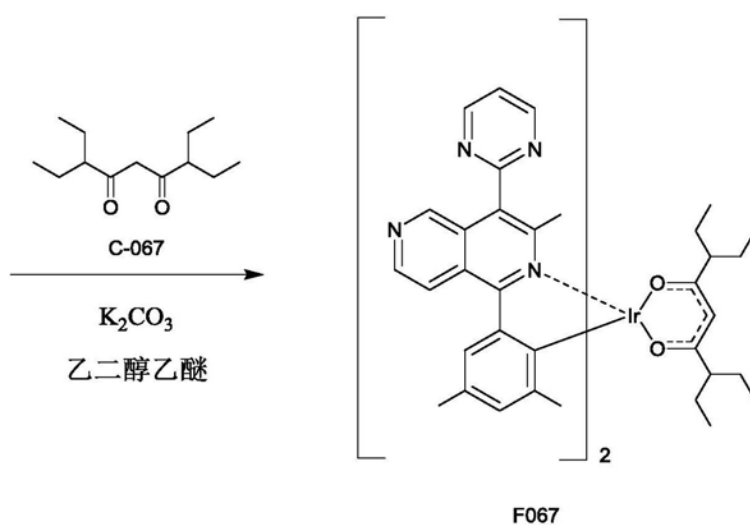
[0097] 质谱: 计算值为1054.33; 测试值为1054.42。

[0098] 元素分析: 计算值C: 62.66%; H: 5.45%; N: 10.63%; O: 3.03%; Ir: 18.23%; 测试值为: C: 62.64%; H: 5.44%; N: 10.64%; O: 3.04%; Ir: 18.24%。

[0099] 实施例6制备化合物F067



[0100]



[0101] 步骤1、在氮气保护体系下,称取A-067 (61.27mmol, 20g), $\text{IrCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (20.42mmol, 7.2g) 放入反应体系中,加入600mL乙二醇乙醚和200mL纯净水的混合溶液,氮气保护下回流24小时,然后冷却到室温,有沉淀析出,将沉淀抽滤,用水、无水乙醇、石油醚依次冲洗烘干,得到红色粉末的桥联配体B-067 (10.6g, 产率为59.08%)。

[0102] 步骤2、称取中间体B-067 (6.03mmol, 10.6g), 加入配体C-067 (18.1mmol, 3.84g), 再向体系中加入乙二醇乙醚250mL和碳酸钾 (60.33mmol, 8.34g), 氮气保护下, 120℃搅拌24小时, 抽滤, 醇洗, 烘干, 用二氯甲烷做溶剂, 用硅胶柱层析, 滤液浓缩固体析出, 得到最终红色的化合物F067 (6.3g, 产率49.52%)。

[0103] HPLC纯度: 大于99%。

[0104] 质谱: 计算值为1054.33; 测试值为1054.42。

[0105] 元素分析: 计算值C: 62.66%; H: 5.45%; N: 10.63%; O: 3.03%; Ir: 18.23%; 测试值: C: 62.67%; H: 5.44%; N: 10.62%; O: 3.02%; Ir: 18.25%。

[0106] 实施例7

[0107] 使用实施例1制备的化合物F002制备有机电致发光器件, 其更具体的:

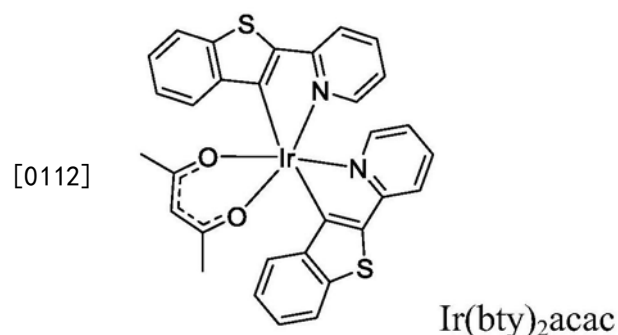
[0108] 将涂层厚度为1500Å的ITO玻璃基板放在蒸馏水中清洗2次, 超声波洗涤30分钟,

用蒸馏水反复清洗2次,超声波洗涤10分钟,蒸馏水清洗结束后,异丙醇、丙酮、甲醇等溶剂按顺序超声波洗涤以后干燥,转移到等离子体清洗机里,将上述基板洗涤5分钟,送到蒸镀机里。首先ITO(阳极)上面蒸镀CuPc(200Å)紧接着蒸镀NPB(400 Å)、主体物质4,4'-N,N'-联苯二吡啶("CBP")和掺杂物质化合物F002 95:5重量比混合蒸镀(200Å)、蒸镀电子传输层"Alq3"(300 Å)、蒸镀电子注入层LiF(5Å)、蒸镀阴极Al(1000Å)形式制备得到有机电致发光器件。对得到的器件的性能发光特性测试,测量采用KEITHLEY 2400型源测量单元,CS-2000分光辐射亮度计,以评价驱动电压,发光亮度,发光效率。

[0109] 参照上述方法,将化合物F002分别替换为F006、F028、F033、F052、F067,制备得到相应化合物的有机电致发光器件。

[0110] 比较例1

[0111] 按照实施例7相同的方法制备有机电致发光器件,发光层掺杂化合物结构如下:



[0113] 对制备的有机电致发光器件进行与实施例7相同的检测,结果见表1。

[0114] 表1实施例7以及比较例1中有机电致发光器件检测结果

[0115]

化合物	驱动电压 (V)	亮度 (cd/m ²)	电流效率 (cd/A)	功率效率 (lm/w)	CIE (X)	CIE (y)
Ir(bty) ₂ acac	8.1	5000	6.9	2.7	0.651	0.329
F002	3.5	5000	45.0	6.5	0.638	0.353
F006	3.8	5000	43.2	6.2	0.644	0.352
F028	3.6	5000	42.5	5.9	0.645	0.348
F033	3.4	5000	41.9	5.8	0.637	0.347
F052	3.7	5000	42.3	6.3	0.644	0.342
F067	3.6	5000	43.5	6.2	0.645	0.344

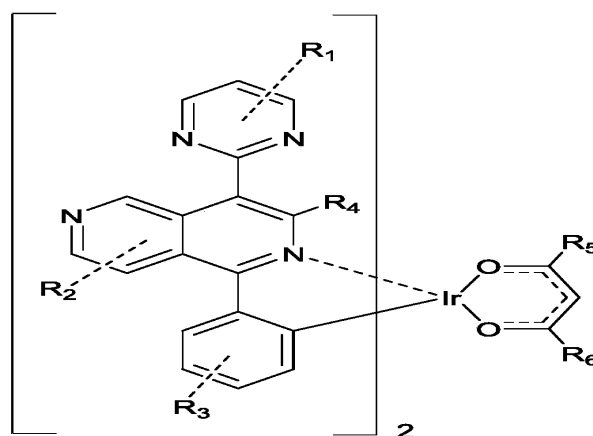
[0116] 从表1可以看出,使用本发明提供铱配合电致发光材料作为发光层掺杂材料所制备的有机电致发光器件与使用比较化合物Ir(bty)₂acac作为发光层掺杂材料所制备的有机电致发光器件相比,驱动电压明显降低,电流效率、功率效率以及亮度得到显著提高。

[0117] 以上实施例的说明只是用于帮助理解本发明的方法及其核心思想。应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以对本发明进行若干改进和修饰,这些改进和修饰也落入本发明权利要求的保护范围内。

专利名称(译)	一种铱配合电致发光材料及其制备方法及电致发光器件		
公开(公告)号	CN110804436A	公开(公告)日	2020-02-18
申请号	CN2019111117486.6	申请日	2019-11-15
[标]申请(专利权)人(译)	吉林奥来德光电材料股份有限公司		
申请(专利权)人(译)	吉林奥来德光电材料股份有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	吉林奥来德光电材料股份有限公司		
[标]发明人	马晓宇 王辉 毕岩 杨冰 白金凤 刘锟		
发明人	马晓宇 谢星冰 王辉 毕岩 杨冰 白金凤 刘锟		
IPC分类号	C09K11/06 C07F15/00 H01L51/50 H01L51/54		
CPC分类号	C07F15/0033 C09K11/06 C09K2211/185 H01L51/0085 H01L51/5012		
代理人(译)	张伟		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

本发明涉及一种铱配合电致发光材料及其制备方法及电致发光器件，属于有机光电材料领域。本发明的铱配合电致发光材料的结构式如化学式1所示：本发明提供的铱配合电致发光材料，是一种新型结构的铱金属配合物，通过选择特定的杂环的配体结合，调节化合物的波长，得到的有机金属化合物在用于有机电致发光器件后，使得器件的发光效率以及亮度提高。本发明提供的铱配合电致发光材料的制备方法，制备步骤简单，产物纯度高。



化学式1