



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109103348 A

(43)申请公布日 2018.12.28

(21)申请号 201810906417.2

(22)申请日 2018.08.10

(71)申请人 武汉艾特米克超能新材料科技有限  
公司

地址 430000 湖北省武汉市东湖新技术开  
发区光谷大道303号光谷·芯中心2-03  
栋302室

(72)发明人 解明

(74)专利代理机构 北京汇泽知识产权代理有限  
公司 11228

代理人 张涛

(51)Int.Cl.

H01L 51/54(2006.01)

H01L 51/56(2006.01)

H01L 51/50(2006.01)

权利要求书2页 说明书7页

(54)发明名称

一种OLED有机发光材料及其制备方法、OLED  
器件及其制备方法

(57)摘要

本发明属于有机发光材料技术领域,具体涉  
及一种OLED有机发光材料,有机发光材料粉体表  
面包覆有有机包覆层,有机包覆层的表面包覆有  
无机包覆层。本发明还提供上述OLED有机发光材  
料的制备方法,先采用MLD在有机发光材料粉体  
的表面形成有机包覆层,再采用ALD在有机包覆  
层表面包覆无机包覆层。本发明还提供一种OLED  
器件的制备方法,蒸镀上述的OLED有机发光材料  
作为发光层。本发明还提供一种采用上述制备方  
法制备的OLED器件。本发明通过在有机发光材料  
粉体的表面形成有机-无机包覆层,可防止有机  
发光材料粉体与水或者氧发生反应,提高使用寿  
命;同时无机包覆层和有机包覆层在蒸镀过程中  
会发生破裂,和有机发光材料混合蒸镀进入发光  
层,形成掺杂,提升发光效率。

1. 一种OLED有机发光材料,其特征在于:有机发光材料粉体的表面包覆有有机包覆层,所述有机包覆层的表面包覆有无机包覆层;所述有机发光材料粉体为荧光有机发光材料或磷光有机发光材料或两者的混合物,所述无机包覆层为金属氧化物、金属磷酸盐、金属氟化物中的任意一种。

2. 如权利要求1所述的一种OLED有机发光材料,其特征在于:所述无机包覆层的厚度为1~100nm;所述有机包覆层的厚度为1-10nm。

3. 一种如权利要求1所述的OLED有机发光材料的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

1) 将有机发光材料粉体放入多孔容器中,多孔容器置于反应室内,对反应室抽真空并置换氮气;

2) 通过流化或者旋转多孔容器的方式将有机发光材料粉体分散;

3) 采用分子层沉积法在有机发光材料粉体的表面形成有机包覆层;

4) 采用原子层沉积法在有机发光材料粉体的有机包覆层的表面形成无机包覆层。

4. 如权利要求3所述的OLED有机发光材料的制备方法,其特征在于:步骤3)中的分子层沉积法的具体步骤如下:

a) 根据需要沉积有机包覆层的种类,选择反应的前驱体,设置沉积工艺参数:沉积温度25~200℃,沉积压力为0.01~500torr;

b) 在氮气或氩气携带下将第一前驱体蒸汽引入到反应室中,第一前驱体蒸汽吸附在有机发光材料上,保持时间为10~120秒;

c) 用氮气或氩气吹扫反应室,在氮气或氩气携带下将第二前驱体蒸汽引入到反应室中,第二前驱体与第一前驱体反应得到有机包覆层,反应时间为10~120秒;

d) 用氮气或氩气吹扫反应室;

e) 重复过程b)~d),直至沉积到所需有机包覆层厚度。

5. 如权利要求3所述的OLED有机发光材料的制备方法,其特征在于:步骤4)中的原子层沉积法的具体步骤如下:

a) 根据需要沉积的无机包覆层的种类,选择反应的前驱体,设置沉积工艺参数:沉积温度为25~200℃,沉积压力为0.01~500torr;

b) 在氮气或氩气的携带下将第三前驱体蒸汽引入到反应室中,保持时间为10~120秒;

c) 用氩气吹扫反应室,在氮气或氩气携带下将第四前驱体蒸汽引入到反应室中,保持时间为10~120秒;

d) 用氮气或氩气吹扫反应室;

e) 重复过程b)~d),直至沉积到所需无机包覆层厚度。

6. 如权利要求5所述的OLED有机发光材料的制备方法,其特征在于:步骤b)中第三前驱体为金属卤化物、金属有机配合物、金属β二酮盐、醇盐、金属烷氨基盐、有机金属环戊二烯化合物、金属硝酸盐中的至少一种;所述第三前驱体中的金属为铝、铪、钇、锆、钛、锌、镁、铈中的至少一种;步骤c)中第四前驱体为水、氧气、臭氧、双氧水、硫化氢、氟气、氢氟酸、磷酸三甲酯中的任意一种。

7. 一种OLED器件的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

1) 在基板上依次形成阳极和空穴传输层;

2) 再将经过步骤1)处理后的基板放入蒸镀设备中,在空穴传输层上蒸镀如权利要求1所述的OLED有机发光材料作为发光层,所述OLED有机发光材料表面的有机包覆层和无机包覆层在蒸镀过程中发生破裂,有机包覆层材料、无机包覆层材料和OLED有机发光材料混合蒸镀到空穴传输层上形成发光层;

3) 在发光层上依次形成电子传输层和阴极,经封装,得到OLED器件。

8. 一种OLED器件的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

1) 在基板上依次形成阳极和空穴传输层;

2) 再将经过步骤1)处理后的基板放入蒸镀设备中,在空穴传输层上混合蒸镀量子点发光材料和如权利要求1所述的OLED有机发光材料作为发光层,所述OLED有机发光材料表面的有机包覆层和无机包覆层在蒸镀过程中发生破裂,有机包覆层材料、无机包覆层材料、OLED有机发光材料和量子点发光材料混合蒸镀到空穴传输层上形成发光层;

3) 在发光层上依次形成电子传输层和阴极,经封装,得到OLED器件。

9. 一种OLED器件的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

1) 在基板上依次形成阳极、空穴传输层和第一发光层,所述第一发光层包括量子点发光材料;

2) 再将经过步骤1)处理后的基板放入蒸镀设备中,在第一发光层上蒸镀如权利要求1所述的OLED有机发光材料作为第二发光层,所述OLED有机发光材料表面的有机包覆层和无机包覆层在蒸镀过程中发生破裂,有机包覆层材料、无机包覆层材料和OLED有机发光材料混合蒸镀到第一发光层上形成第二发光层;

3) 在第二发光层上依次形成电子传输层和阴极,经封装,得到OLED器件。

10. 一种采用如权利要求7-9任意一项所述的制备方法制备的OLED器件。

# 一种OLED有机发光材料及其制备方法、OLED器件及其制备方法

## 技术领域

[0001] 本发明属于有机发光材料技术领域,具体涉及一种OLED有机发光材料及其制备方法、OLED器件及其制备方法。

## 背景技术

[0002] 有机发光二极管(Organic Light-Emitting Diode,OLED)显示技术是一种新兴应用显示技术,由于该显示技术具有构造简单、无需背光源、对比度高、厚度薄、反应速度快等特点,该显示技术已逐渐成为诸如智能手机、电视等电子设备的主要显示技术。

[0003] OLED器件包括自上而下设置的阴极、电子传输层、发光层、空穴传输层、阳极和基板,其中基板通常采用玻璃基板等,阳极包括氧化铟锡(ITO)等,阴极包括Mg、Ga、Li、Ag、Al、In中的至少一种;空穴传输层包括聚(3,4-乙烯二氧噻吩)-聚苯乙烯磺酸(PEDOT:PSS)或者P型金属氧化物纳米粒子等,P型金属氧化物纳米粒子包括MoO<sub>3</sub>、NiO、V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、W<sub>2</sub>O<sub>3</sub>中的至少一种;电子传输层为1,3,5-三(N-苯基苯并咪唑-2-基)-苯有机材料、8-羟基喹啉铝(Alq<sub>3</sub>)等;而OLED器件的发光层的核心是有机发光材料,但是有机发光材料易受水蒸汽和氧气的影响而性能降低;为了避免有机发光材料性能的降低,现有技术中通常都是在有机发光材料的周围设置若干个干燥片,虽然可以来吸收有机发光材料周围的水蒸汽和氧气,但却无法实现有机发光材料完全与水蒸汽和氧气隔离,残留的水蒸汽和氧气仍然会降低有机发光材料的性能,从而导致有机发光显示装置的使用寿命减少。

## 发明内容

[0004] 为了克服上述现有技术存在的不足,本发明的目的是提供一种OLED有机发光材料及其制备方法、OLED器件及其制备方法,能够将有机发光材料粉体完全与水蒸汽和氧气隔离开来,提高OLED器件的使用寿命;并通过不同元素掺杂,达到提升发光效率的作用。

[0005] 为实现上述目的,本发明的技术方案为一种OLED有机发光材料,所述有机发光材料粉体的表面包覆有有机包覆层,所述有机包覆层的表面包覆有无机包覆层;所述有机发光材料粉体为荧光有机发光材料或磷光有机发光材料或两者的混合物,所述无机包覆层为金属氧化物、金属磷酸盐、金属氟化物中的任意一种。

[0006] 进一步地,所述无机包覆层的厚度为1~100nm;所述有机包覆层的厚度为1-10nm。

[0007] 其中,金属氧化物、金属磷酸盐、金属氟化物中的金属为铝、钪、钇、锆、钛、锌、镁、铌中的任意一种。有机包覆层为聚酰亚胺、聚脲、聚酰胺、聚酰亚胺-酰胺、聚氨酯、聚硫脲、聚酯、聚乙二醇中的任意一种。

[0008] 荧光有机发光材料包括红光发光材料、绿色发光材料、蓝色发光材料、黄色发光材料中的至少一种;红光发光材料包括3-(二氰基亚甲基)-5,5-二甲基-1-(二甲基胺基-苯乙烯)环乙烯、4-(二氰亚甲基)-2-特-丁基-6-(1,1,7,7-四甲基久洛尼定-4-y1-乙烯基)-4H-吡喃、4-(二氰亚甲基)-2-特-丁基-6-(1,1,7,7-四甲基久洛尼定-9-enyl)-4H-吡喃、4-(二

氰亚甲基)-2-*i*-丙基-6-(1,1,7,7-四甲基久洛尼定-9-enyl)-4H-吡喃、4-(二氰亚甲基)-2-甲基-6-(4-二甲氨基苯乙烯基)-4H-吡喃、4-(二氰亚甲基)-2-甲基-6-(*p*-二甲氨基-苯乙烯基)-4H-吡喃中的至少一种；绿色发光材料包括8-羟基喹啉铝、双(2-甲基-8-羟基喹啉)(对苯基苯酚)铝、喹吡啶酮QA、N,N'-二甲基-喹吡啶酮、香豆素6、香豆素C-545T中的至少一种；蓝色发光材料包括二氟[6-异亚甲基丙酮-N-(2-(1H)-喹啉甲基-kN)-(6-异亚甲基丙酮-2-喹啉甲基-kN1)]硼、N,N'-二(萘亚甲基-1-y1)-N,N'-二(苯基)-联苯胺、4,4'-(2,2-二苯乙炔基)-1,1'-联苯、2-(4-联苯)-5-(4-三元胺-丁基苯基)-1,3,4-恶二唑、3-(4-二苯)-4-苯-5-特丁基苯-1,2,4-苯三唑、1,3-二[(4-三元胺-丁基苯基)-1,3,4-重氮基酸-5-y1]苯、2-特-丁基-9,10-二(萘基-2-y1)蒽、4,4'-双(9-乙基-3-吡啶乙炔基)-1,1'-联苯、1,4-双[2-(3-N-乙烷吡啶)乙炔基]苯、1-4-二-[4-(N,N-二-苯)胺基]苯乙炔基-苯、花中的至少一种，黄色发光材料为5,6,11,12-四苯基并四苯。

[0009] 所述磷光有机发光材料包括Ir、Pt、Os、Re金属配合物系列，红色发光材料包括三(1-苯并异喹啉)铱配合物、双(1-苯并异喹啉)(乙酰丙酮)铱配合物、双(2-苯[b]噻吩-2-y1-吡啶)(乙酰丙酮)铱配合物、双-二苯[f,h]喹啉-N,C2(乙酰丙酮)、双(2,4-二苯喹啉-N,C2') (乙酰丙酮)铱配合物、二-(2-苯喹啉-N,C2') (乙酰丙酮)铱配合物、2,3,7,8,12,13,17,18-八乙基-21H,23H-卟啉铂配合物中的至少一种；绿色发光材料包括三(2-苯吡啶)铱配合物、双(1,2-二苯-1H-苯咪唑)(乙酰丙酮)铱配合物、双(2-苯吡啶)(乙酰丙酮)铱配合物、三[2-(*p*-甲基苯基)吡啶]铱配合物、双[3,5-二(2-吡啶)-1,2,4-三唑]铂配合物、3,5-二(2-吡啶)氯甲苯铂配合物中的至少一种；蓝色发光材料包括双(3,5-二氟-2-(2-吡啶)苯-(2-羧基吡啶))铱配合物、双(2,4-二氟苯吡啶)四(1-吡啶)硼酸铱配合物、三((3,5-二氟-4-苯基)吡啶)铱配合物、三(N-二苯并咪唑-N'-甲基咪唑)铱配合物、双[3,5-二(2-吡啶)-1,2,4-三唑]铂配合物中的至少一种；黄色发光材料包括2-(对叔丁基-苯基)-苯并噻唑(乙酰丙酮)铱配合物、双(2-苯并噻唑)(乙酰丙酮)铱配合物、双(2-(9,9-二乙基-9H-芴-2-y1)-1-苯-1H-苯并咪唑-N,C3)(乙酰丙酮)铱配合物、双(2-甲基联苯甲酰-[f,h]喹啉)(乙酰丙酮)铱配合物中的至少一种。

[0010] 本发明还提供一种上述OLED有机发光材料的制备方法，包括如下步骤：

1) 将有机发光材料粉体放入多孔容器中，多孔容器置于反应室内，对反应室抽真空并置换氮气；

2) 通过流化或者旋转多孔容器的方式将有机发光材料粉体分散；

3) 采用分子层沉积法在有机发光材料粉体的表面形成有机包覆层；

4) 采用原子层沉积法在有机发光材料粉体的有机包覆层的表面形成无机包覆层。

[0011] 进一步地，步骤3)中的分子层沉积法(MLD)的具体步骤如下：

a) 根据需要沉积有机包覆层的种类，选择反应的前驱体，设置沉积工艺参数：沉积温度25~200℃，沉积压力为0.01~500torr；

b) 在氮气或氩气携带下将第一前驱体蒸汽引入到反应室中，第一前驱体蒸汽吸附在有机发光材料上，保持时间为10~120秒；

c) 用氮气或氩气吹扫反应室，在氮气或氩气携带下将第二前驱体蒸汽引入到反应室中，第二前驱体与第一前驱体反应得到有机包覆层，反应时间为10~120秒；

d) 用氮气或氩气吹扫反应室；

e) 重复过程b)~d),直至沉积到所需有机包覆层厚度。

[0012] MLD中,步骤b)中第一前驱体为对苯二异氰酸酯、均苯四甲酸二酐、对苯二异氰酸酯、三甲基铝中的任意一种,步骤c)中第二前驱体为1,6-己二胺、乙二胺、1,10-二氨基癸烷、1,4-二羟基-2-丁炔、乙二醇、丙三醇中的任意一种。

[0013] 进一步地,步骤4)中的原子层沉积法(ALD)的具体步骤如下:

a) 根据需要沉积的无机包覆层的种类,选择反应的前驱体,设置沉积工艺参数:沉积温度为25~200℃,沉积压力为0.01~500torr;

b) 在氮气或氩气的携带下将第三前驱体蒸汽引入到反应室中,保持时间为10~120秒;

c) 用氩气吹扫反应室,在氮气或氩气携带下将第四前驱体蒸汽引入到反应室中,保持时间为10~120秒;

d) 用氮气或氩气吹扫反应室;

e) 重复过程b)~d),直至沉积到所需无机包覆层厚度。

[0014] ALD中,步骤b)中第三前驱体为金属卤化物、金属有机配合物、金属β二酮盐、醇盐、金属烷氨基盐、有机金属环戊二烯化合物、金属硝酸盐中的至少一种;所述第三前驱体中的金属为铝、钪、钇、锆、钛、铪、铌、钽、铍、镁、铈中的至少一种;步骤c)中第四前驱体为水、氧气、臭氧、双氧水、硫化氢、氟气、氢氟酸、磷酸三甲酯中的任意一种。

[0015] 本发明还提供一种OLED器件的制备方法,包括如下步骤:

1) 在基板上依次形成阳极和空穴传输层;

2) 再将经过步骤1)处理后的基板放入蒸镀设备中,在空穴传输层上蒸镀上述的OLED有机发光材料作为发光层,所述OLED有机发光材料表面的有机包覆层和无机包覆层在蒸镀过程中发生破裂,有机包覆层材料、无机包覆层材料和OLED有机发光材料混合蒸镀到空穴传输层上形成发光层;

3) 在发光层上依次形成电子传输层和阴极,经封装,得到OLED器件。

[0016] 本发明还提供一种OLED器件的制备方法,包括如下步骤:

1) 在基板上依次形成阳极和空穴传输层;

2) 再将经过步骤1)处理后的基板放入蒸镀设备中,在空穴传输层上混合蒸镀量子点发光材料和上述的OLED有机发光材料作为发光层,所述OLED有机发光材料表面的有机包覆层和无机包覆层在蒸镀过程中发生破裂,有机包覆层材料、无机包覆层材料、OLED有机发光材料和量子点发光材料混合蒸镀到空穴传输层上;

3) 在发光层上依次形成电子传输层和阴极,经封装,得到OLED器件。

[0017] 本发明还提供一种OLED器件的制备方法,包括如下步骤:

1) 在基板上依次形成阳极、空穴传输层和第一发光层,所述第一发光层包括量子点发光材料;

2) 再将经过步骤1)处理后的基板放入蒸镀设备中,在第一发光层上蒸镀上述的OLED有机发光材料作为第二发光层,所述OLED有机发光材料表面的有机包覆层和无机包覆层在蒸镀过程中发生破裂,有机包覆层材料、无机包覆层材料和OLED有机发光材料混合蒸镀到第一发光层上;

3) 在第二发光层上依次形成电子传输层和阴极,经封装,得到OLED器件。

[0018] 其中上述制备方法中,量子点为蓝光量子点、黄光量子点、绿光量子点、红光量子

点或白光量子点中的一种或多种；所述蓝光量子点包括ZnCdS、CdSe/ZnS、纳米SiN<sub>4</sub>中的至少一种；所述绿光量子点包括CdSe/ZnS、ZnSe:Cu<sup>2+</sup>中的至少一种；所述红光量子点包括CdSe/CdS/ZnS；所述白光量子点包括CdSe、CdS、CdTe、CdMnS、ZnSe、ZnMnSe中的至少一种；所述黄光量子点包括CdSe/CdS/ZnS、ZnS:Mn<sup>2+</sup>中的至少一种。

[0019] 本发明还提供一种采用上述的制备方法制备的OLED器件。

[0020] 与现有技术相比，本发明具有以下有益效果：

(1) 本发明通过在有机发光材料粉体的表面依次包覆有机包覆层和无机包覆层，可以防止有机发光材料粉体与水或者氧发生反应，提高有机发光材料的性能和使用寿命；

(2) 本发明先采用MLD在有机发光材料粉体的表面包覆有机包覆层可避免直接ALD包覆过程中的水蒸汽、氧气等前驱体和有机发光材料粉体反应，导致有机发光材料粉体性能恶化；

(3) 本发明中OLED有机发光材料粉体在蒸镀过程中，有机发光材料会从固态变成气态，蒸气压使得纳米级别厚度的有机包覆层和无机包覆层破裂，有机包覆层材料、无机包覆层材料和有机发光材料混合蒸镀形成发光层，既可以保证有机发光材料的发光效应，而且无机包覆层材料能够掺杂到有机发光材料之间的间隙中，提升发光效率和OLED器件的性能。

## 具体实施方式

[0021] 下面对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述，显然，所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例，而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例，本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其它实施例，都属于本发明保护的范围。

[0022] 实施例一

本实施例提供一种OLED有机发光材料，所述有机发光材料粉体的表面包覆有聚酰胺包覆层，所述聚酰胺包覆层的表面包覆有Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>包覆层；所述有机发光材料粉体为荧光有机发光材料粉体，该OLED有机发光材料即为聚酰胺包覆层-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>包覆层双层包覆的荧光有机发光材料。

[0023] 进一步地，聚酰胺包覆层的厚度为1nm，Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>包覆层的厚度为1nm。

[0024] 本实施例还提供一种上述OLED有机发光材料的制备方法，包括如下步骤：

1) 将荧光有机发光材料粉体放入具有微孔大小的多孔容器中，多孔容器置于反应室内，对反应室抽真空并置换氮气至少三次，将颗粒之间或者孔洞中的氧气和水移除，避免氧气和水与前驱气体以及有机发光材料反应；反应室升温至125℃，反应室维持在100torr的压力；

2) 旋转多孔容器，使得荧光有机发光材料粉体在多孔容器腔体内充分分散；

3) 将分子层沉积用的第一前驱体己二酰氯蒸汽在氮气或氩气的携带下脉冲进入反应室，吸附在荧光有机发光材料粉体上，并保持60秒，然后用氮气或氩气吹扫并带走剩余的己二酰氯，同样第二前驱体1,6-己二胺在氮气或氩气的携带下脉冲进入反应室并保持60秒，并与己吸附在荧光有机发光材料粉体上的己二酰氯反应，生成聚酰胺，随后过量的1,6-己二胺及副产物由氮气或氩气吹扫带出反应室，这样就完成了一个MLD沉积循环；重复上述MLD沉积完成循环10次，即在荧光有机发光材料粉体的表面形成聚酰胺包覆层；

4) 将原子层沉积用的第三前驱体 $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ 蒸汽在氮气或氩气的携带下引入到反应室中,吸附在荧光有机发光材料粉体表面的聚酰胺包覆层上,并保持60秒;用氮气或氩气吹扫反应室并带走剩余的 $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ 蒸汽,在氮气或氩气携带下将 $\text{H}_2\text{O}$ 蒸汽引入到反应室中并保持60秒,并与已吸附在聚酰胺包覆层上的 $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ 反应,生成 $\text{Al}_2\text{O}_3$ ;用氮气或氩气吹扫反应室并带走过量的 $\text{H}_2\text{O}$ 蒸汽和副产物;这样就完成了一个ALD沉积循环;重复上述ALD沉积完成循环10次,即在荧光有机发光材料粉体的聚酰胺包覆层的表面形成均匀且致密的 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 包覆层,即得到聚酰胺包覆层- $\text{Al}_2\text{O}_3$ 包覆层双层包覆的荧光有机发光材料。

[0025] 本实施例还提供一种OLED器件的制备方法,包括如下步骤:

- 1) 对基板依次进行超声波清洗、紫外光照射处理和等离子体处理;
- 2) 在经过步骤1)处理后的基板上依次形成阳极和空穴传输层;
- 3) 再将经过步骤2)处理后的基板放入蒸镀设备中,在空穴传输层上蒸镀上述的聚酰胺包覆层- $\text{Al}_2\text{O}_3$ 包覆层双层包覆的荧光有机发光材料作为发光层,荧光有机发光材料表面的聚酰胺包覆层和 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 包覆层在蒸镀过程中发生破裂,聚酰胺、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 和荧光有机发光材料混合蒸镀到空穴传输层上形成发光层;

4) 在发光层上依次形成电子传输层和阴极,经封装,得到OLED器件。

[0026] 本实施例还提供一种采用上述的制备方法制备的OLED器件,所述OLED器件包括自上而下设置的阴极、电子传输层、发光层、空穴传输层、阳极和基板;所述发光层包括荧光有机发光材料、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 和聚酰胺。

[0027] 实施例二

本实施例提供一种OLED有机发光材料,所述有机发光材料粉体的表面包覆有聚酰亚胺-酰胺包覆层,所述聚酰亚胺包覆层的表面包覆有 $\text{AlF}_3$ 包覆层;所述有机发光材料粉体为磷光有机发光材料粉体,该OLED有机发光材料即为聚酰亚胺-酰胺包覆层- $\text{AlF}_3$ 包覆层双层包覆的磷光有机发光材料。

[0028] 进一步地,聚酰亚胺-酰胺包覆层的厚度为10nm, $\text{AlF}_3$ 包覆层的厚度为10nm。

[0029] 本实施例还提供一种上述OLED有机发光材料的制备方法,包括如下步骤:

1) 将磷光有机发光材料粉体放入具有微孔大小的多孔容器中,多孔容器置于反应室内,对反应室抽真空并置换氮气至少三次,将颗粒之间或者孔洞中的氧气和水移除,避免氧气和水与前驱气体以及有机发光材料反应;反应室升温至 $25^\circ\text{C}$ ,反应室维持在500torr的压力;

2) 采用氩气流化方式,使得磷光有机发光材料粉体在多孔容器腔体内充分分散;

3) 将分子层沉积用的第一前驱体均苯四甲酸二酐蒸汽在氮气或氩气的携带下脉冲进入反应室,吸附在荧光有机发光材料粉体上,并保持60秒,然后用氮气或氩气吹扫并带走剩余的均苯四甲酸二酐,同样第二前驱体1,10-二氨基癸烷在氮气或氩气的携带下脉冲进入反应室并保持60秒,并与已吸附在荧光有机发光材料粉体上的均苯四甲酸二酐反应,生成聚酰亚胺-酰胺,随后过量的1,10-二氨基癸烷及副产物由氮气或氩气吹扫带出反应室,这样就完成了一个MLD沉积循环;重复上述MLD沉积完成循环100次,即在荧光有机发光材料粉体的表面形成聚酰亚胺-酰胺包覆层;

4) 将原子层沉积用的第三前驱体 $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ 蒸汽在氮气或氩气的携带下引入到反应室中,吸附在磷光有机发光材料粉体表面的聚酰亚胺-酰胺包覆层上,并保持60秒;用氮气或

氩气吹扫反应室并带走剩余的 $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ 蒸汽,在氮气或氩气携带下将HF蒸汽引入到反应室中并保持60秒,并与已吸附在聚酰亚胺-酰胺包覆层上的 $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ 反应,生成 $\text{AlF}_3$ ;用氮气或氩气吹扫反应室并带走过量的HF蒸汽和副产物;这样就完成了一个ALD沉积循环;重复上述ALD沉积完成循环100次,即在磷光有机发光材料粉体的聚酰亚胺-酰胺包覆层表面形成均匀且致密的 $\text{AlF}_3$ 包覆层,即得到聚酰亚胺-酰胺包覆层- $\text{AlF}_3$ 包覆层双层包覆的磷光有机发光材料。

[0030] 本实施例还提供一种OLED器件的制备方法,包括如下步骤:

1)对基板进行超声波清洗5~10分钟,然后在紫外光照射下暴露20~30分钟,最后用等离子体处理5~10分钟;

2)在经过步骤1)处理后的基板上依次形成阳极和空穴传输层;

3)再将经过步骤2)处理后的基板放入蒸镀设备中,在空穴传输层上混合蒸镀量子点发光材料和上述的聚酰亚胺-酰胺包覆层- $\text{AlF}_3$ 包覆层双层包覆的磷光有机发光材料作为发光层,磷光有机发光材料表面的聚酰亚胺-酰胺包覆层和 $\text{AlF}_3$ 包覆层双层在蒸镀过程中发生破裂,聚酰亚胺-酰胺、 $\text{AlF}_3$ 、磷光有机发光材料和量子点发光材料混合蒸镀到空穴传输层上形成发光层;

所述量子点为蓝光量子点、黄光量子点、绿光量子点、红光量子点或白光量子点中的至少一种;

4)在发光层上依次形成电子传输层和阴极,经封装,得到OLED器件。

[0031] 本实施例还提供一种采用上述的制备方法制备的OLED器件,所述OLED器件包括自上而下设置的阴极、电子传输层、发光层、空穴传输层、阳极和基板;所述发光层包括磷光有机发光材料、量子点发光材料、 $\text{AlF}_3$ 和聚酰亚胺-酰胺。

[0032] 实施例三

本实施例提供一种OLED有机发光材料,所述有机发光材料粉体的表面包覆有聚酰亚胺包覆层,所述聚酰亚胺的表面包覆有 $\text{TiO}_2$ 包覆层;所述有机发光材料粉体为磷光有机发光材料粉体和荧光有机发光材料粉体的混合粉体,该OLED有机发光材料即为聚酰亚胺包覆层- $\text{TiO}_2$ 包覆层双层包覆的磷光有机发光材料和聚酰亚胺包覆层- $\text{TiO}_2$ 包覆层双层包覆的荧光有机发光材料的混合物。

[0033] 进一步地,聚酰亚胺包覆层的厚度为5nm, $\text{TiO}_2$ 包覆层的厚度为100nm。

[0034] 本实施例还提供一种上述OLED有机发光材料的制备方法,包括如下步骤:

1)将磷光有机发光材料粉体和荧光有机发光材料粉体的混合粉体放入具有微孔大小的多孔容器中,多孔容器置于反应室内,对反应室抽真空并置换氮气至少三次,将颗粒之间或者孔洞中的氧气和水移除,避免氧气和水与前驱气体以及有机发光材料反应;反应室升温至 $200^\circ\text{C}$ ,反应室维持在0.1torr的压力;

2)采用干燥空气流化方式,使得磷光有机发光材料粉体和荧光有机发光材料粉体在多孔容器腔体内充分分散;

3)将分子层沉积用的第一前驱体均苯四甲酸二酐蒸汽在氮气或氩气的携带下脉冲进入反应室,吸附在荧光有机发光材料粉体或荧光有机发光材料粉体上,并保持60秒,然后用氮气或氩气吹扫并带走剩余的均苯四甲酸二酐,同样第二前驱体己二胺在氮气或氩气的携带下脉冲进入反应室并保持60秒,并与已吸附在荧光有机发光材料粉体上的均苯四甲酸二

酞反应,生成聚酰亚胺,随后过量的己二胺及副产物由氮气或氩气吹扫带出反应室,这样就完成了一个MLD沉积循环;重复上述MLD沉积完成循环50次,即在荧光有机发光材料粉体和荧光有机发光材料粉体的表面形成聚酰亚胺包覆层;

4)将原子层沉积用的第三前驱体 $TiCl_4$ 蒸汽在氮气或氩气的携带下引入到反应室中,吸附在磷光有机发光材料粉体或荧光有机发光材料粉体表面的聚酰亚胺包覆层上,并保持60秒;用氮气或氩气吹扫反应室并带走剩余的 $TiCl_4$ 蒸汽,在氮气或氩气携带下将 $H_2O$ 蒸汽引入到反应室中并保持60秒,并与已吸附在磷光有机发光材料粉体或荧光有机发光材料粉体上的 $TiCl_4$ 反应,生成 $TiO_2$ ;用氮气或氩气吹扫反应室并带走过量的 $H_2O$ 蒸汽和副产物;这样就完成了一个ALD沉积循环;重复上述ALD沉积完成循环1000次,即在磷光有机发光材料粉体或荧光有机发光材料粉体表面的聚酰亚胺包覆层上形成均匀且致密的 $TiO_2$ 包覆层,即得到聚酰亚胺包覆层- $TiO_2$ 包覆层双层包覆的磷光有机发光材料和聚酰亚胺包覆层- $TiO_2$ 包覆层双层包覆的荧光有机发光材料的混合物。

[0035] 本实施例还提供一种OLED器件的制备方法,包括如下步骤:

1)将基板放入异丙醇中超声波清洗10分钟,然后在紫外光照射下暴露20分钟,最后用等离子体处理10分钟;

2)在经过步骤1)处理后的基板上依次形成阳极、空穴传输层和第一发光层,所述第一发光层包括量子点发光材料;

所述量子点为蓝光量子点、黄光量子点、绿光量子点、红光量子点或白光量子点中的至少一种;

3)再将经过步骤2)处理后的基板放入蒸镀设备中,在第一发光层上蒸镀上述的聚酰亚胺包覆层- $TiO_2$ 包覆层双层包覆的磷光有机发光材料和聚酰亚胺包覆层- $TiO_2$ 包覆层双层包覆的荧光有机发光材料的混合物作为第二发光层,磷光有机发光材料粉体表面或荧光有机发光材料粉体表面的聚酰亚胺包覆层和 $TiO_2$ 包覆层在蒸镀过程中发生破裂, $TiO_2$ 、聚酰亚胺、磷光有机发光材料和荧光有机发光材料混合蒸镀到第一发光层上形成第二发光层;

4)在第二发光层上依次形成电子传输层和阴极,经封装,得到OLED器件。

[0036] 本实施例还提供一种采用上述的制备方法制备的OLED器件,所述OLED器件包括自上而下设置的阴极、电子传输层、第二发光层、第一发光层、空穴传输层、阳极和基板;所述第一发光层包括量子点发光材料;所述第二发光层包括荧光有机发光材料、磷光有机发光材料、 $TiO_2$ 和聚酰亚胺。

[0037] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

专利名称(译)	一种OLED有机发光材料及其制备方法、OLED器件及其制备方法		
公开(公告)号	<a href="#">CN109103348A</a>	公开(公告)日	2018-12-28
申请号	CN201810906417.2	申请日	2018-08-10
[标]申请(专利权)人(译)	武汉艾特米克超能新材料科技有限公司		
申请(专利权)人(译)	武汉艾特米克超能新材料科技有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	武汉艾特米克超能新材料科技有限公司		
[标]发明人	解明		
发明人	解明		
IPC分类号	H01L51/54 H01L51/56 H01L51/50		
CPC分类号	H01L51/001 H01L51/0034 H01L51/5012		
代理人(译)	张涛		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a> <a href="#">SIPO</a>		

#### 摘要(译)

本发明属于有机发光材料技术领域，具体涉及一种OLED有机发光材料，有机发光材料粉体表面包覆有有机包覆层，有机包覆层的表面包覆有无机包覆层。本发明还提供上述OLED有机发光材料的制备方法，先采用MLD在有机发光材料粉体的表面形成有机包覆层，再采用ALD在有机包覆层表面包覆无机包覆层。本发明还提供一种OLED器件的制备方法，蒸镀上述的OLED有机发光材料作为发光层。本发明还提供一种采用上述制备方法制备的OLED器件。本发明通过在有机发光材料粉体的表面形成有机-无机包覆层，可防止有机发光材料粉体与水或者氧发生反应，提高使用寿命；同时无机包覆层和有机包覆层在蒸镀过程中会发生破裂，和有机发光材料混合蒸镀进入发光层，形成掺杂，提升发光效率。