



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106833619 A

(43)申请公布日 2017.06.13

---

(21)申请号 201611202499.X

(22)申请日 2016.12.23

(71)申请人 成都新柯力化工科技有限公司

地址 610091 四川省成都市青羊区蛟龙工业港东海路4座

(72)发明人 陈庆 曾军堂 王镭迪

(51)Int.Cl.

C09K 11/06(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

---

(54)发明名称

一种提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法

(57)摘要

本发明涉及材料化学技术领域，具体涉及一种提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法。本发明采用联苯乙烯对蓝色发光材料进行改性，所述改性过程中将只含C、H原子的稠环刚性基团引入联苯乙烯上。有机电致发光器件通电发光时，大量载流子注入到器件中，产生焦耳热，使器件温度上升，有机分子发生扩散和聚集，引起薄膜形态逐渐发生变化；不同分子界面之间容易形成激基复合物，为避免激基复合物的形成，有机分子应当具有体积较大的刚性取代基，使分子间的空间拥挤，产生较强的空间位阻，使薄膜中的有机分子在受热时，分子的移动和聚集受到阻碍，从而提高材料的稳定性。

1. 一种提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法，其特征在于，采用联苯乙烯对蓝色发光材料进行改性，所述改性过程中将只含C、H原子的稠环刚性基团引入联苯乙烯上；包括如下步骤：

(1) 在带有搅拌装置的容器中加入蓝色发光材料和联苯乙烯，抽真空通氮气重复4-6次，在氮气保护下用注射器加入10倍体积经通氮除氧半小时的新蒸二甲苯，边搅拌边反应3-4小时；

(2) 停止反应，将反应混合物自然冷却至室温后，滤渣用乙酸乙酯冲洗2-4次后和稠环刚性化合物在氩气保护环境下，用乙醇作溶剂、氢化铝锂做催化剂反应2-3小时，即得稳定性OLED蓝色发光材料。

2. 根据权利要求1所述的提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法，其特征在于，所述蓝色发光材料选自蓝色磷光有机发光材料或蓝色荧光有机发光材料中的其中一种。

3. 根据权利要求1所述的提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法，其特征在于，所述蓝色荧光材料选自蒽类、螺芴类、多芴类、菲类、二苯乙烯芳基类、芳胺类、有机硅类、有机硼类蓝色荧光材料中的其中一种，或一种以上组合物掺杂而成。

4. 根据权利要求2所述的提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法，其特征在于，所述蓝色荧光有机发光材料选自2,7-双二苯胺-螺环[芴-7,9'-苯并芴]、8-羟基喹啉硼化锂中的其中一种。

5. 根据权利要求2所述的提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法，其特征在于，所述蓝色磷光有机发光材料选自9,10-二(α-萘基)蒽、双(4,6-二氟苯基吡啶-N,C2')吡啶甲酰合铱、6,6'-二(二苯基磷氧基)-9,9'-二己基-3,3'-联咔唑中的其中一种。

6. 根据权利要求1所述的提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法，其特征在于，所述步骤(1)中蓝色发光材料和联苯乙烯的重量比为2-3:1.5-4。

7. 根据权利要求1所述的提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法，其特征在于，所述步骤(1)的反应温度为135℃。

8. 根据权利要求1所述的提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法，其特征在于，所述步骤(2)中所述稠环刚性化合物与滤渣的重量比为5-7:1-3。

9. 根据权利要求1所述的提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法，其特征在于，所述步骤(2)的反应温度为165-185℃。

## 一种提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及材料化学技术领域,具体涉及一种提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法。

### 背景技术

[0002] 电致发光(electroluminescence,EL)是指发光材料在电场作用下电子和空穴复合而发光的现象,它是一种将电能直接转化为光能的发光过程。根据此原理制成的器件称为有机电致发光器件。与现在通用的场发射显示(FED),液晶显示(LCD),等离子体显示(PDP)等平板显示技术相比,有机电致发光器件具有以下特点:材料采用有机物/高分子,因而选择范围宽,可实现从红光到蓝光的任何颜色的显示;驱动电压低,发光亮度和发光效率高,可制成柔性显示器件;响应速度快,发光视角宽;器件超薄,体积小,重量轻;更为重要的是,有机发光材料以其固有的多样性为材料选择提供了宽广的范围,通过对有机分子结构的设计、组装和剪裁,能够满足多方面不同的需要和易于实现大面积显示。

[0003] 有机电致发光器件(有机EL元件)作为最具发展潜力的一代显示产品,在便携式设备和照明等领域逐渐显露其独特的优势。相对于传统光源,有机电致发光器件具有面光源发光、大尺寸可弯折、环境友好(无汞)、高功率效率转化、低成本等特点。在商业化的使用中,全彩显示及白光照明都离不开三原色:红,绿,蓝。目前,综合性能优异的红光和绿光材料被不断报道并持续刷新着效率记录,然而作为高能量的蓝色发光材料,由于其存在带隙与载流子注入/传输平衡之间的矛盾,阻碍了其效率的提高,因而发展相对缓慢。

[0004] 现有技术中,小分子发光材料存在机械性和稳定性不足,而高分子发光材料又存在发光性能较差的弱点。尤其是蓝色荧光材料发光效率不高,发光不稳定,且成本较高。

### 发明内容

[0005] 针对目前蓝色发光材料发光性能较差、发光不稳定的缺陷,本发明提出一种提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法。

[0006] 为解决上述问题,本发明采用以下技术方案:

一种提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法,采用联苯乙烯对蓝色发光材料进行改性,所述改性过程中将只含C、H原子的稠环刚性基团引入联苯乙烯上。

[0007] 进一步的,所述的提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法,包括如下步骤:

(1)在带有搅拌装置的容器中加入蓝色发光材料和联苯乙烯,抽真空通氮气重复4-6次,在其保护下用注射器加入10倍体积经通氮除氧半小时的新蒸二甲苯,边搅拌边反应3-4小时;

(2)停止反应,将反应混合物自然冷却至室温后,滤渣用乙酸乙酯冲洗2-4次后和稠环刚性化合物在氩气保护环境下,用乙醇作溶剂、氢化铝锂做催化剂反应2-3小时,即得稳定性OLED蓝色发光材料。

[0008] 进一步的,所述蓝色发光材料选自蓝色磷光有机发光材料或蓝色荧光有机发光材

料中的其中一种。

[0009] 进一步的，所述蓝色荧光材料选自蒽类、螺芴类、多芴类、芘类、二苯乙烯芳基类、芳胺类、有机硅类、有机硼类蓝色荧光材料中的其中一种，或一种以上组合物掺杂而成。

[0010] 进一步的，所述蓝色荧光有机发光材料选自2,7-双二苯胺-螺环[芴-7,9'-苯并芴]、8-羟基喹啉硼化锂中的其中一种。

[0011] 进一步的，所述蓝色磷光有机发光材料选自9,10-二(α-萘基)蒽、双(4,6-二氟苯基吡啶-N,C2')吡啶甲酰合铱、6,6'-二(二苯基磷氧基)-9,9'-二己基-3,3'-联咔唑中的其中一种。

[0012] 进一步的，所述步骤(1)中蓝色发光材料和联苯乙烯的重量比为2-3:1.5-4。

[0013] 进一步的，所述步骤(1)的反应温度为135℃。

[0014] 进一步的，所述步骤(2)中所述稠环刚性化合物与滤渣的重量比为5-7:1-3。

[0015] 进一步的，所述步骤(2)的反应温度为165-185℃。

[0016] 与现有技术相比，本发明的有益效果在于：有机电致发光器件通电发光时，大量载流子注入到器件中，产生焦耳热，使器件温度上升，有机分子发生扩散和聚集，引起薄膜形态逐渐发生变化；不同分子界面之间容易形成激基复合物，为避免激基复合物的形成，有机分子应当具有体积较大的刚性取代基，使分子间的空间拥挤，产生较强的空间位阻，使薄膜中的有机分子在受热时，分子的移动和聚集受到阻碍，从而提高材料的稳定性。本发明提供的发光材料的具有较高的玻璃化转变温度，产品热稳定性能好，并且在不同的工作电流下，色坐标基本不变，色度稳定。

## 具体实施方式

[0017] 以下通过具体实施方式对本发明作进一步的详细说明，但不应将此理解为本发明的范围仅限于以下的实例。在不脱离本发明上述方法思想的情况下，根据本领域普通术知识和惯用手段做出的各种替换或变更，均应包含在本发明的范围内。

[0018] 实施例1

一种提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法，采用联苯乙烯对蓝色发光材料进行改性，所述改性过程中将只含C、H原子的稠环刚性基团引入联苯乙烯上，具体反应如下：

(1) 在带有搅拌装置的容器中加入蓝色发光材料2,7-双二苯胺-螺环[芴-7,9'-苯并芴]和联苯乙烯，抽真空通氮气重复4次，在其保护下用注射器加入10倍体积经通氮除氧半小时的新蒸二甲苯，在135℃的反应温度下边搅拌边反应3小时；

(2) 停止反应，将反应混合物自然冷却至室温后，滤渣用乙酸乙酯冲洗3次后和稠环刚性化合物在氩气保护环境下，用乙醇作溶剂、氯化铝锂做催化剂，在165-185℃的温度下反应2小时，即得稳定性OLED蓝色发光材料。

[0019] 本实施例中蓝色发光材料和联苯乙烯的重量比为2.6:3.2；稠环刚性化合物与滤渣的重量比为6.4:2.5。

[0020] 将实施例1得到的稳定性OLED蓝色发光材料用于器件，在经过清洗的导电玻璃(1TO)衬底上依次旋涂空穴传输层，蒸镀NPD，旋涂稳定性OLED蓝色发光材料，蒸镀氟化锂和铝作为阴极层，得到有机电致发光器件，在室温环境下进行测试，结果表明，器件的最大流明效率为68.2cd/A，最大亮度为32850cd/m<sup>2</sup>。

[0021] 进一步在湿度80%、富氧、温度70℃的环境下持续密闭3天测试，器件的最大流明效率为67cd/A，最大亮度为32800cd/m<sup>2</sup>。

[0022] 实施例2

一种提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法，采用联苯乙烯对蓝色发光材料进行改性，所述改性过程中将只含C、H原子的稠环刚性基团引入联苯乙烯上，具体反应如下：

(1) 在带有搅拌装置的容器中加入蓝色发光材料8-羟基喹啉硼化锂和联苯乙烯，抽真空通氮气重复5次，在但其保护下用注射器加入10倍体积经通氮除氧半小时的新蒸二甲苯，在135℃的反应温度下边搅拌边反应4小时；

(2) 停止反应，将反应混合物自然冷却至室温后，滤渣用乙酸乙酯冲洗4次后和稠环刚性化合物在氩气保护环境下，用乙醇作溶剂、氢化铝锂做催化剂，在165–185℃的温度下反应2小时，即得稳定性OLED蓝色发光材料。

[0023] 本实施例中蓝色发光材料和联苯乙烯的重量比为2.4:2.8；稠环刚性化合物与滤渣的重量比为5.8:1.5。

[0024] 实施例3

一种提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法，采用联苯乙烯对蓝色发光材料进行改性，所述改性过程中将只含C、H原子的稠环刚性基团引入联苯乙烯上，具体反应如下：

(1) 在带有搅拌装置的容器中加入蓝色发光材料9,10-二(α-萘基)蒽和联苯乙烯，抽真空通氮气重复5次，在但其保护下用注射器加入10倍体积经通氮除氧半小时的新蒸二甲苯，在135℃的反应温度下边搅拌边反应3.5小时；

(2) 停止反应，将反应混合物自然冷却至室温后，滤渣用乙酸乙酯冲洗3次后和稠环刚性化合物在氩气保护环境下，用乙醇作溶剂、氢化铝锂做催化剂，在165–185℃的温度下反应2.5小时，即得稳定性OLED蓝色发光材料。

[0025] 本实施例中蓝色发光材料和联苯乙烯的重量比为2.2:3.5；稠环刚性化合物与滤渣的重量比为5.5:1.5。

[0026] 实施例4

一种提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法，采用联苯乙烯对蓝色发光材料进行改性，所述改性过程中将只含C、H原子的稠环刚性基团引入联苯乙烯上，具体反应如下：

(1) 在带有搅拌装置的容器中加入蓝色发光材料双(4,6-二氟苯基吡啶-N,C2')吡啶甲酰合铱和联苯乙烯，抽真空通氮气重复5次，在但其保护下用注射器加入10倍体积经通氮除氧半小时的新蒸二甲苯，在135℃的反应温度下边搅拌边反应4小时；

(2) 停止反应，将反应混合物自然冷却至室温后，滤渣用乙酸乙酯冲洗4次后和稠环刚性化合物在氩气保护环境下，用乙醇作溶剂、氢化铝锂做催化剂，在165–185℃的温度下反应2小时，即得稳定性OLED蓝色发光材料。

[0027] 本实施例中蓝色发光材料和联苯乙烯的重量比为3:1.5；稠环刚性化合物与滤渣的重量比为5:3。

[0028] 实施例5

一种提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法，采用联苯乙烯对蓝色发光材料进行改性，所述改性过程中将只含C、H原子的稠环刚性基团引入联苯乙烯上，具体反应如下：

(1) 在带有搅拌装置的容器中加入蓝色发光材料6,6'-二(二苯基磷氧基)-9,9'-二己

基-3,3'-联咔唑和联苯乙烯,抽真空通氮气重复6次,在但其保护下用注射器加入10倍体积经通氮除氧半小时的新蒸二甲苯,在135℃的反应温度下边搅拌边反应3小时;

(2)停止反应,将反应混合物自然冷却至室温后,滤渣用乙酸乙酯冲洗4次后和稠环刚性化合物在氩气保护环境下,用乙醇作溶剂、氢化铝锂做催化剂,在165-185℃的温度下反应3小时,即得稳定性OLED蓝色发光材料。

[0029] 本实施例中蓝色发光材料和联苯乙烯的重量比为2:4;稠环刚性化合物与滤渣的重量比为7:1。

[0030] 将实施例5得到的稳定性OLED蓝色发光材料用于器件,在经过清洗的导电玻璃(1TO)衬底上依次旋涂空穴传输层,蒸镀NPD,旋涂稳定性OLED蓝色发光材料,蒸镀氟化锂和铝作为阴极层,得到有机电致发光器件,在室温环境下进行测试,结果表明,器件的最大流明效率为71cd/A,最大亮度为28000cd/m<sup>2</sup>。

[0031] 进一步在湿度80%、富氧、温度70℃的环境下持续密闭3天测试,器件的最大流明效率为68cd/A,最大亮度为27900cd/m<sup>2</sup>。

专利名称(译)	一种提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法		
公开(公告)号	<a href="#">CN106833619A</a>	公开(公告)日	2017-06-13
申请号	CN201611202499.X	申请日	2016-12-23
[标]申请(专利权)人(译)	成都新柯力化工科技有限公司		
申请(专利权)人(译)	成都新柯力化工科技有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	成都新柯力化工科技有限公司		
[标]发明人	陈庆 曾军堂 王镭迪		
发明人	陈庆 曾军堂 王镭迪		
IPC分类号	C09K11/06		
CPC分类号	C09K11/06 C09K2211/1007 C09K2211/1011 C09K2211/1014 C09K2211/1029 C09K2211/185		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a>	<a href="#">Sipo</a>	

#### 摘要(译)

本发明涉及材料化学技术领域，具体涉及一种提高OLED蓝色发光材料稳定性的方法。本发明采用联苯乙烯对蓝色发光材料进行改性，所述改性过程中将只含C、H原子的稠环刚性基团引入联苯乙烯上。有机电致发光器件通电发光时，大量载流子注入到器件中，产生焦耳热，使器件温度上升，有机分子发生扩散和聚集，引起薄膜形态逐渐发生变化；不同分子界面之间容易形成激基复合物，为避免激基复合物的形成，有机分子应当具有体积较大的刚性取代基，使分子间的空间拥挤，产生较强的的空间位阻，使薄膜中的有机分子在受热时，分子的移动和聚集受到阻碍，从而提高材料的稳定性。