



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 108641707 B

(45)授权公告日 2020.04.10

(21)申请号 201810536530.6

(51)Int.Cl.

(22)申请日 2018.05.30

C09K 11/06(2006.01)

H01L 51/54(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 108641707 A

审查员 彭诚诚

(43)申请公布日 2018.10.12

(73)专利权人 武汉华星光电半导体显示技术有限公司

地址 430079 湖北省武汉市东湖新技术开发区高新大道666号光谷生物创新园C5栋305室

(72)发明人 易国霞

(74)专利代理机构 深圳翼盛智成知识产权事务所(普通合伙) 44300

代理人 黄威

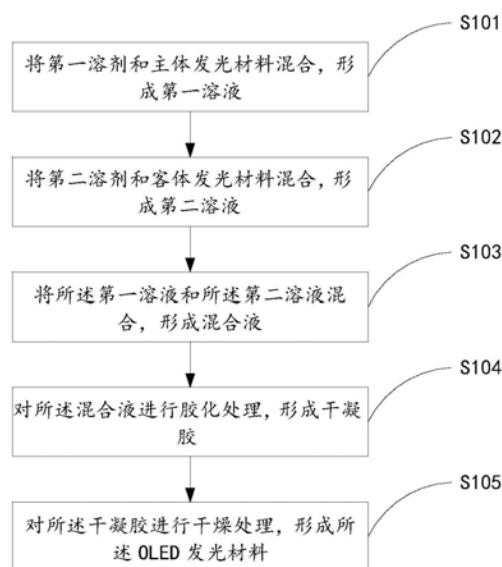
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54)发明名称

OLED发光材料的制备方法

(57)摘要

本发明提供一种OLED发光材料的制备方法,步骤包括:提供主体发光材料、客体发光材料、第一溶剂以及第二溶剂,将主体发光材料与第一溶剂混合,形成第一溶液;将客体发光材料与第二溶剂混合,形成第二溶液;再将第一溶液与第二溶液混合,形成混合液;最后将混合液进行后续处理得到OLED发光材料。有益效果:本发明利用溶胶凝胶法预处理OLED发光原料,使主体发光材料和客体发光材料得到充分混合和分散,且在真空蒸镀过程中,使得主体发光材料和客体发光材料按比例耗散,最终减轻对发光层的发光效率的影响。



1. 一种OLED发光材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:
S10,将第一溶剂和主体发光材料混合,形成第一溶液;
S20,将第二溶剂和客体发光材料混合,形成第二溶液;
S30,将所述第一溶液和所述第二溶液混合,形成混合液,其中,在常温下,将所述第一溶液逐滴加入到所述第二溶液中,滴加速度为2滴/秒;
S40,对所述混合液进行胶化处理,形成干凝胶,其中,所述干凝胶形成过程包括:将所述混合液形成溶胶,再将所述溶胶形成湿凝胶,最后将所述湿凝胶形成所述干凝胶;
S50,对所述干凝胶进行干燥处理,形成所述OLED发光材料。
2. 根据权利要求1所述的OLED发光材料的制备方法,其特征在于,所述S10步骤中,先将所述主体发光材料加入到所述第一溶剂中,再搅拌均匀。
3. 根据权利要求1所述的OLED发光材料的制备方法,其特征在于,所述S20步骤中,先将所述客体发光材料加入到所述第二溶剂中,再搅拌均匀。
4. 根据权利要求1所述的OLED发光材料的制备方法,其特征在于,所述S50步骤中,所述干凝胶的干燥温度是100℃,所述干凝胶的干燥时间是8~10小时。
5. 一种OLED发光材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:
S10,将第一溶剂和主体发光材料混合,形成第一溶液;
S20,将第二溶剂和客体发光材料混合,形成第二溶液;
S30,在充有保护气体的手套箱中,将所述第一溶液和所述第二溶液混合,形成混合液;
S40,将所述混合液置于反应釜中,在40~60℃的温度下处理18~36小时,得到反应液;
S50,将所述反应液进行离心处理,收集沉淀;
S60,将所述沉淀置于充有保护气体的干燥箱中进行干燥,得到所述OLED发光材料。
6. 根据权利要求5所述的OLED发光材料的制备方法,其特征在于,所述S10步骤中,先将所述主体发光材料加入到所述第一溶剂中,再搅拌均匀。
7. 根据权利要求5所述的OLED发光材料的制备方法,其特征在于,在所述S30步骤中,所述第一溶液与所述第二溶液混合在聚四氟乙烯内衬中,且所述混合液在所述聚四氟乙烯内衬中的填充度为75%~80%。
8. 根据权利要求5所述的OLED发光材料的制备方法,其特征在于,在所述S30步骤之前,还包括以下步骤:
先对干燥箱和手套箱抽真空,再充入保护气体,其中,所述保护气体包括氮气、氦气、氩气中的任意一种或多种的组合。

OLED发光材料的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及OLED技术领域,尤其涉及一种OLED发光材料的制备方法。

背景技术

[0002] 目前OLED的结构主要由阳极、空穴注入层、空穴传输层、发光层、电子传输层、电子输入层、电子注入层、和阴极组成。由于OLED的发光层具有浓度淬熄效应,即当发光材料的浓度增大时量子效率会降低,因此OLED发光层若采用单一发光材料会极大降低发光层的发光效率,目前OLED发光层多采用Host材料(主体发光材料)与Dopant材料(客体发光材料)搭配蒸镀而成。掺杂比例是依据最大程度地增大发光效率而设计的,但是在蒸镀过程中的气化原子或分子在飞行过程中,会致使Host材料和Dopant材料的无比例耗散,最终导致发光材料掺杂比例的变化,从而导致发光效率降低。

[0003] 综上所述,有必要提供一种OLED发光材料的制备方法来解决发光材料在蒸镀过程中无比例耗散的问题。

发明内容

[0004] 本发明提供一种OLED发光材料的制备方法,该方法能够使Host材料和Dopant材料按蒸镀前设计好的比例充分混合,保证Host材料和Dopant材料在蒸镀过程中按照比例耗散,最终减轻对发光层的发光效率的影响。

[0005] 为实现上述目的,本发明提供的技术方案如下:

[0006] 本发明提供一种OLED发光材料的制备方法,包括以下步骤:

[0007] S101,将第一溶剂和主体发光材料混合,形成第一溶液;

[0008] S102,将第二溶剂和客体发光材料混合,形成第二溶液;

[0009] S103,将所述第一溶液和所述第二溶液混合,形成混合液;

[0010] S104,对所述混合液进行胶化处理,形成干凝胶;

[0011] S105,对所述干凝胶进行干燥处理,形成所述OLED发光材料。

[0012] 根据本发明一优选实施例,所述第一溶剂为无水乙醇和聚乙二醇的混合溶液,所述主体发光材料为咪唑类衍生物;所述第二溶剂为无水乙醇,所述客体发光材料为咪唑类衍生物。

[0013] 根据本发明一优选实施例,所述S101步骤中,先将所述主体发光材料加入到所述第一溶剂中,再搅拌均匀。

[0014] 根据本发明一优选实施例,所述S102步骤中,先将所述客体发光材料加入到所述第二溶剂中,再搅拌均匀。

[0015] 根据本发明一优选实施例,所述S105步骤中,所述干凝胶的干燥温度是100℃,所述干凝胶的干燥时间是8~10小时。

[0016] 本发明还提供另一种OLED发光材料的制备方法,包括以下步骤:

[0017] S201,将第一溶剂和主体发光材料混合,形成第一溶液;

- [0018] S202,将第二溶剂和客体发光材料混合,形成第二溶液;
- [0019] S203,在充有保护气体的手套箱中,将所述第一溶液和所述第二溶液混合,形成混合液;
- [0020] S204,将所述混合液置于反应釜中,在40~60℃的温度下处理18~36小时,得到反应液;
- [0021] S205,将所述反应液进行离心处理,收集沉淀;
- [0022] S206,将所述沉淀置于充有保护气体的干燥箱中进行干燥,得到所述OLED发光材料。
- [0023] 根据本发明一优选实施例,所述第一溶剂为无水乙醇和聚乙二醇的混合溶液,所述第一发光材料为咔唑类衍生物;所述第二溶剂为无水乙醇,所述第二发光材料为咔唑类衍生物。
- [0024] 根据本发明一优选实施例,所述S201步骤还包括:先将所述主体发光材料加入到所述第一溶剂中,再搅拌均匀。
- [0025] 根据本发明一优选实施例,所述S202步骤还包括:先将所述客体发光材料加入到所述第二溶剂中,再搅拌均匀。
- [0026] 根据本发明一优选实施例,所述S203步骤中,所述第一溶液与所述第二溶液混合在聚四氟乙烯内衬中,且所述混合液在所述聚四氟乙烯内衬中的填充度为75%~80%。
- [0027] 根据本发明一优选实施例,在所述S203步骤之前,还包括以下步骤:
- [0028] 先对干燥箱和手套箱抽真空,再充入保护气体,其中,所述保护气体包括氮气、氩气、氙气中的任意一种或多种的组合。
- [0029] 在本发明提供的两种方法中,所述主体(Host)发光材料和所述客体(Dopant)发光材料并没有充足的能量来完成结晶化,但是却可以完成充分的混合,因此不会影响后续的蒸镀工艺。
- [0030] 本发明的有益效果为:本发明所提供的OLED发光材料的制备方法,将Host材料与Dopant材料均匀混合,得到处理后的发光层材料,相较于现有技术中直接在Host材料上直接沉积Dopant材料而言,不仅使Host材料和Dopant材料按蒸镀前设计好的比例进行蒸镀,也能使Host材料和Dopant材料在蒸镀过程中同比例地耗散,几乎不改变蒸镀前设计好的最优掺杂比例,减轻对发光效率的影响,克服了现有技术存在的发光效率低的缺陷。

附图说明

- [0031] 为了更清楚地说明实施例或现有技术中的技术方案,下面将对实施例或现有技术描述中所需要使用的附图作简单介绍,显而易见地,下面描述中的附图仅仅是发明的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他的附图。
- [0032] 图1为本发明实施例一的制备方法流程图。
- [0033] 图2为本发明实施例二的制备方法流程图。

具体实施方式

- [0034] 以下各实施例的说明是参考附加的图示,用以例示本发明可用以实施的特定实施

例。本发明所提到的方向用语,例如[上]、[下]、[前]、[后]、[左]、[右]、[内]、[外]、[侧面]等,仅是参考附加图式的方向。因此,使用的方向用语是用以说明及理解本发明,而非用以限制本发明。在图中,结构相似的单元是用以相同标号表示。

[0035] 本发明针对现有的OLED发光材料的制备方法,由于发光层原料在蒸镀过程中无比例地耗散而导致最终的发光材料掺杂比例发生变化,致使发光效率降低的技术问题,提供一种新型的OLED发光材料的制备方法,可以有效克服该缺陷。

[0036] 实施例一

[0037] 如图1所示,一种OLED发光材料的制备方法,包括以下步骤:

[0038] S101,将第一溶剂和主体发光材料混合,形成第一溶液;

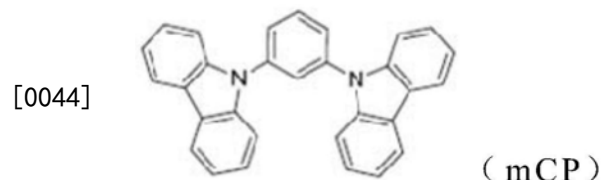
[0039] S102,将第二溶剂和客体发光材料混合,形成第二溶液;

[0040] S103,将所述第一溶液和所述第二溶液混合,形成混合液;

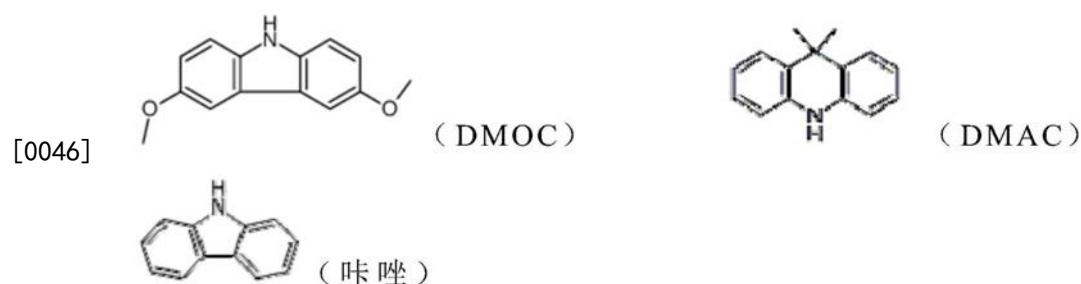
[0041] S104,对所述混合液进行胶化处理,形成干凝胶;

[0042] S105,对所述干凝胶进行干燥处理,形成所述OLED发光材料。

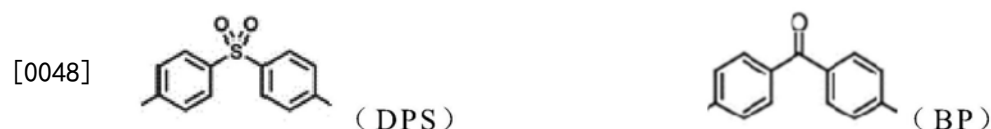
[0043] 所述主体发光材料采用咔唑类衍生物,所述主体发光材料可以为mCP(1,3-二咔唑-9-基苯),所述mCP分子结构式如下所示:



[0045] 所述客体发光材料采用咔唑类衍生物,所述客体发光材料由供体材料和受体材料组成,所述供体材料可以为DMOC(3,6-diMethoxy-9H-carbazole,3,6-二甲氧基-9H-咔唑)、DMAC(9,9-DIMETHYL-9,10-DIHYDRO-ACRIDINE,9,10-二氢-9,9-二甲基吖啶)、咔唑等,所述受体材料可以为DPS(Diphenylsulfo,二苯砜)、BP(4,4'-Dimethylbenzophenone,4,4-二甲基二苯甲酮)等,所述客体发光材料可以为DPS-DMOC、DPS-DMAC、BP-DMOC或者BP-DMAC,所述供体材料分子结构式如下:



[0047] 所述受体材料分子结构式如下:



[0049] 本实施例中所用主体(Host)发光材料为mCP、客体(Dopant)发光材料为BP-DMAC。

[0050] 真空蒸镀前,当设计的主体发光材料和客体发光材料的最优掺杂比例为3%时,发光层的发光效率最高,因此,根据上述的掺杂比例,准备5g的Host材料mCP,0.15g的Dopant材料BP-DMAC,以及无水乙醇30mL、聚乙二醇10mL;

[0051] 取10mL无水乙醇和10mL聚乙二醇配制成20mL的所述第一溶剂;取20mL无水乙醇配制成20mL的所述第二溶剂。

[0052] 在所述S101步骤中,先将5g的mCP加入到20mL的所述第一溶剂中,再用磁力搅拌器强力搅拌10min,混合均匀,得到所述第一溶液。

[0053] 在所述S102步骤中,先将0.15g的BP-DMAC加入到20mL的所述第二溶剂中,再用磁力搅拌器搅拌10min,混合均匀,得到所述第二溶液。

[0054] 在所述S103步骤中,在常温环境下,将所述第一溶液缓慢滴入所述第二溶液中,得到混合液,滴加速度为2滴/秒,若加入速度过快,所述混合液中会形成沉淀,很难形成溶胶,进而导致所述第一溶液与所述第二溶液分散不均匀。

[0055] 在所述S104步骤中,还包括以下步骤:先使所述混合液形成溶胶,再使所述溶胶形成湿凝胶,之后使所述湿凝胶形成干凝胶。

[0056] 具体地,先将所述混合液置于50℃的恒温水浴中,进行加热搅拌,至形成均匀稳定的溶胶,再将所述溶胶进行陈化,约1小时后,待沉淀完全,得到湿凝胶,最后将所述湿凝胶,静置12~24小时,待所述第一溶剂、第二溶剂挥发后,得到所述干凝胶。

[0057] 在所述S105步骤中,避免空气中水分或氧化性物质对发光材料的影响,优选地,将所述干凝胶放置在充有保护气体的干燥箱中进行干燥处理,进一步将所述干凝胶中带有的所述第一溶剂、第二溶剂去除掉。优选地,所述干凝胶的干燥温度是100℃,所述干凝胶的干燥时间是8~10小时。

[0058] 在所述S105步骤之前,还包括以下步骤:先对干燥箱抽真空,再充入氮气作为保护气体。

[0059] 实施例二

[0060] 如图2所示,本发明还提供另一种OLED发光材料的制备方法,包括以下步骤:

[0061] S201,将第一溶剂和主体发光材料混合,形成第一溶液;

[0062] S202,将第二溶剂和客体发光材料混合,形成第二溶液;

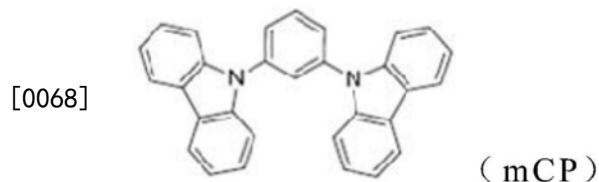
[0063] S203,将所述第一溶液和所述第二溶液混合,形成混合液;

[0064] S204,将所述混合液置于反应釜中,在40~60℃的温度下处理18~36小时,得到反应液;

[0065] S205,将所述反应液进行离心,收集沉淀;

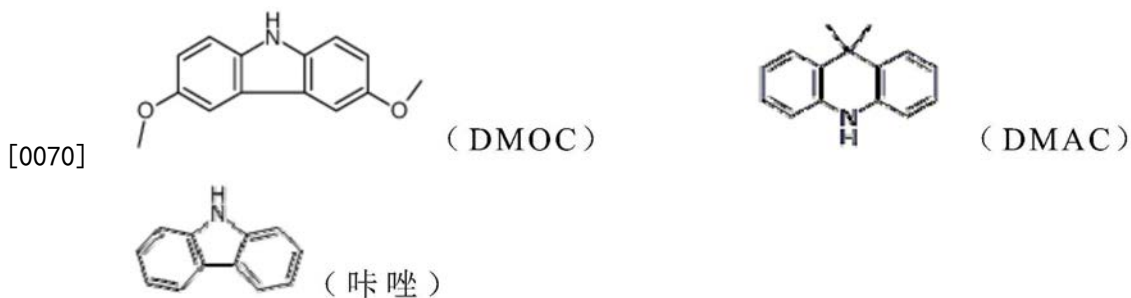
[0066] S206,将所述沉淀置于真空干燥箱中进行干燥,得到所述OLED发光材料。

[0067] 所述主体发光材料采用咔唑类衍生物,所述主体发光材料可以为mCP(1,3-二咔唑-9-基苯),所述mCP分子结构式如下所示:



[0069] 所述客体发光材料采用咔唑类衍生物,所述客体发光材料由供体材料和受体材料组成,所述供体材料可以为DMOC(3,6-diMethoxy-9H-carbazole,3,6-二甲氧基-9H-咔唑)、DMAC(9,9-DIMETHYL-9,10-DIHYDRO-ACRIDINE,9,10-二氢-9,9-二甲基吖啶)、咔唑等,所述受体材料可以为DPS(Diphenylsulfo,二苯砜)、BP(4,4'-Dimethylbenzophenone,4,4-二甲

基二苯甲酮)等,所述客体发光材料可以为DPS-DMOC、DPS-DMAC、BP-DMOC或者BP-DMAC,所述供体材料分子结构式如下:



[0071] 所述受体材料分子结构式如下:



[0073] 本实施例中所用主体(Host)发光材料为mCP、客体(Dopant)发光材料为DPS-DMAC。

[0074] 真空蒸镀前,当设计的主体发光材料和客体发光材料的最优掺杂比例为3%时,发光层的发光效率最高,因此,根据上述的掺杂比例,准备5g的Host材料mCP,0.15g的Dopant材料DPS-DMAC,以及无水乙醇30mL、聚乙二醇10mL;

[0075] 取10mL无水乙醇和10mL聚乙二醇配制成20mL的所述第一溶剂;取20mL无水乙醇配制成20mL的所述第二溶剂。

[0076] 在实验开始之前,将待使用的反应釜、内衬等均事先放入到手套箱中,之后对手套箱和干燥箱抽真空,再通入氮气,形成一通有保护气体的手套箱环境。

[0077] 在所述S203步骤中,在充有保护气体的手套箱中,将所述第二溶液加入到50mL的聚四氟乙烯内衬中,再将所述第一溶液滴加到所述第二溶液中,混合均匀,形成所述混合液,所述混合液在所述聚四氟乙烯内衬中的填充度为75%~80%,即所述混合液体积是所述聚四氟乙烯内衬体积的75%~80%,优选地,所述混合液在所述聚四氟乙烯内衬中的填充度为80%。

[0078] 在所述S204步骤中,所述反应釜选择高压反应釜,所述高压反应釜的温度不能太高,以免所述第一发光材料和所述第二发光材料不能有效气化,从而导致不能蒸镀成发光层。所述混合液的处理时间也不能太长,否则也会影响后续的蒸镀工艺,优选地,所述混合液的反应温度为40~55℃,所述混合液的处理时间为20~30小时。

[0079] 在S205步骤中,所述反应液的离心在离心机中进行,所述离心的转速为8000~10000r/min,离心时间为5~20min。

[0080] 有益效果:本发明所提供的OLED发光材料的制备方法,将Host材料与Dopant材料均匀混合,得到处理后的发光层材料,相较于现有技术中直接在Host材料上直接沉积Dopant材料而言,不仅使Host材料和Dopant材料按蒸镀前设计好的比例进行蒸镀,也能使Host材料和Dopant材料在蒸镀过程中同比例地耗散,几乎不改变蒸镀前设计好的最优掺杂比例,减轻对发光效率的影响,克服了现有技术存在的发光效率低的缺陷。

[0081] 综上所述,虽然本发明已以优选实施例揭露如上,但上述优选实施例并非用以限制本发明,本领域的普通技术人员,在不脱离本发明的精神和范围内,均可作各种更动与润

饰,因此本发明的保护范围以权利要求界定的范围为准。

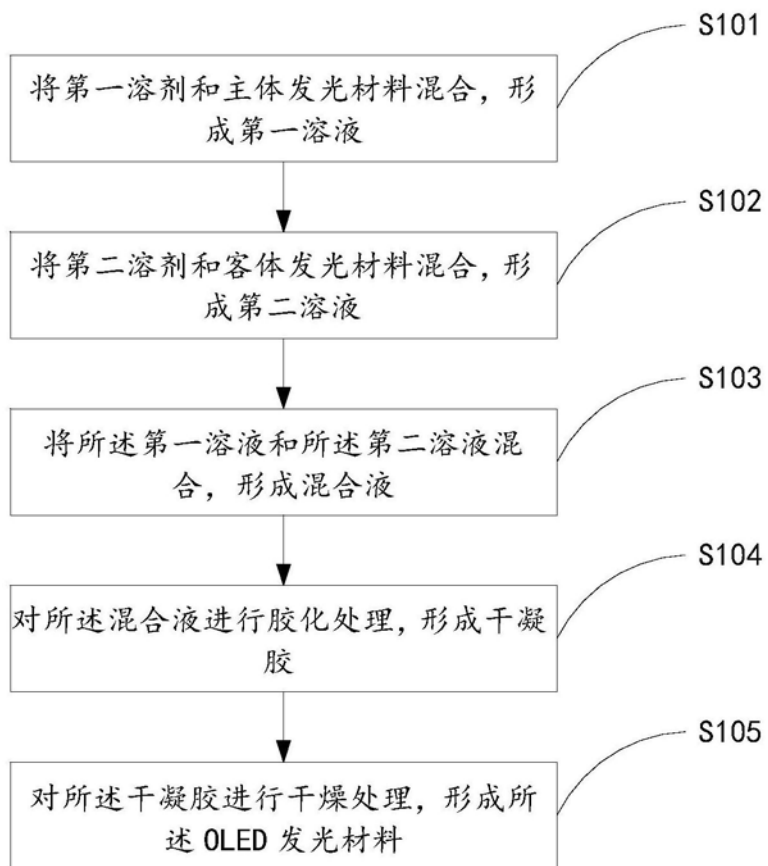


图1

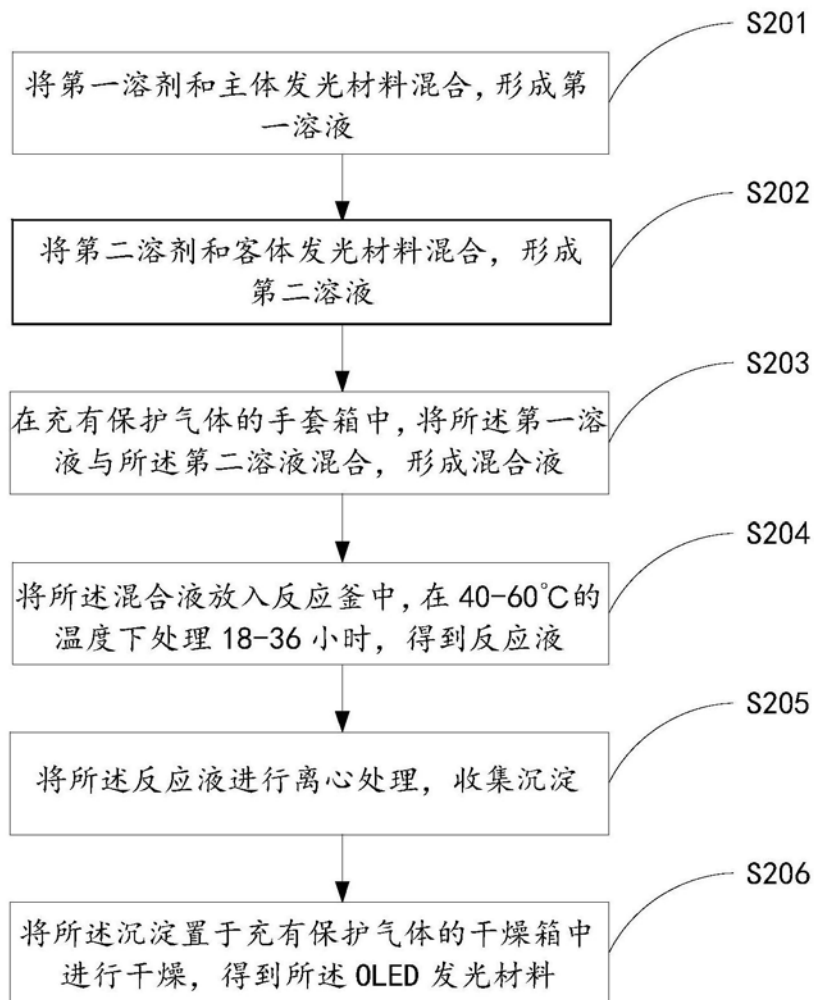


图2

专利名称(译)	OLED发光材料的制备方法		
公开(公告)号	CN108641707B	公开(公告)日	2020-04-10
申请号	CN201810536530.6	申请日	2018-05-30
[标]发明人	易国霞		
发明人	易国霞		
IPC分类号	C09K11/06 H01L51/54		
CPC分类号	C09K11/06 C09K2211/1007 C09K2211/1014 C09K2211/1029 H01L51/0072		
代理人(译)	黄威		
审查员(译)	彭诚诚		
其他公开文献	CN108641707A		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

本发明提供一种OLED发光材料的制备方法，步骤包括：提供主体发光材料、客体发光材料、第一溶剂以及第二溶剂，将主体发光材料与第一溶剂混合，形成第一溶液；将客体发光材料与第二溶剂混合，形成第二溶液；再将第一溶液与第二溶液混合，形成混合液；最后将混合液进行后续处理得到OLED发光材料。有益效果：本发明利用溶胶凝胶法预处理OLED发光原料，使主体发光材料和客体发光材料得到充分混合和分散，且在真空蒸镀过程中，使得主体发光材料和客体发光材料按比例耗散，最终减轻对发光层的发光效率的影响。

