



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109251745 A

(43)申请公布日 2019.01.22

(21)申请号 201811208818.7

C07F 9/6578(2006.01)

(22)申请日 2018.10.17

H01L 51/50(2006.01)

H01L 51/54(2006.01)

(71)申请人 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 罗佳佳 李先杰 顾宇 黄金昌
杨林 白亚梅

(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

(51)Int.Cl.

C09K 11/06(2006.01)

C07D 409/04(2006.01)

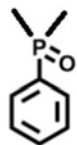
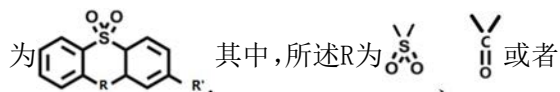
权利要求书2页 说明书10页 附图2页

(54)发明名称

电致发光材料、电致发光材料的制备方法及发光器件

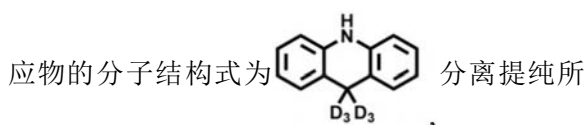
(57)摘要

本申请实施方式所提供的电致发光材料、电致发光材料的制备方法及发光器件,包括:提供第一反应物和第二反应物,所述第一反应物和所述第二反应物进行反应生成包括所述电致发光材料的混合物,其中,所述第一反应物的分子结构式为



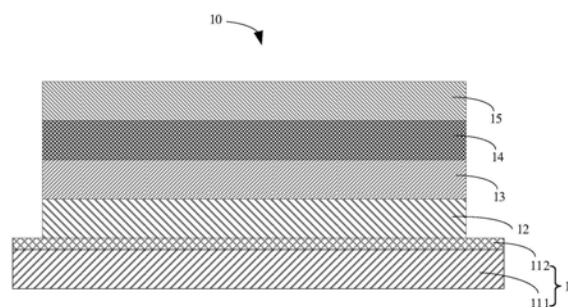
所述R'为Cl、Br或者I。所述第二反应物

为9,10-二氢-9,9-二氘代甲基吡啶,所述第二反

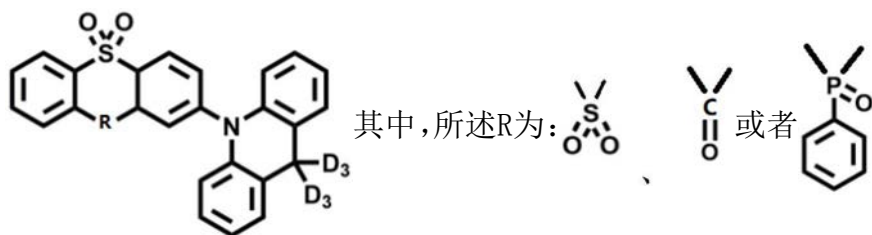


述包括所述电致发光材料的混合物,得到所述电

致发光材料,从而实现了具有长寿命的、发出蓝光的电致发光材料、电致发光材料的制备方法及发光器件。

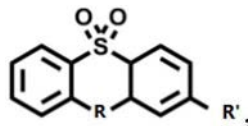


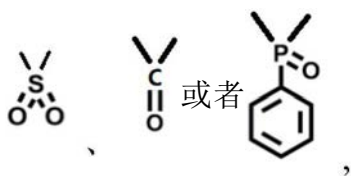
1. 一种电致发光材料,其特征在于,所述电致发光材料的分子结构式为:



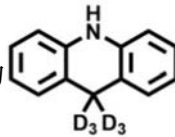
2. 如权利要求1所述的电致发光材料,其特征在于:所述电致发光材料的发射波长为425纳米-475纳米。

3. 一种电致发光材料的制备方法,其特征在于,包括:

提供第一反应物和第二反应物,所述第一反应物和第二反应物进行反应生成所述电致发光材料,其中,所述第一反应物的分子结构式为 , 其中,所述R为



所述R' 为Cl、Br或者I所述第二反应物为9,10-二氢-9,9-二氘代

甲基吡啶,所述第二反应物的分子结构式为 .

4. 如权利要求3所述电致发光材料的制备方法,其特征在于,所述第一反应物和第二反应物的摩尔比为:1:0.5-1:2。

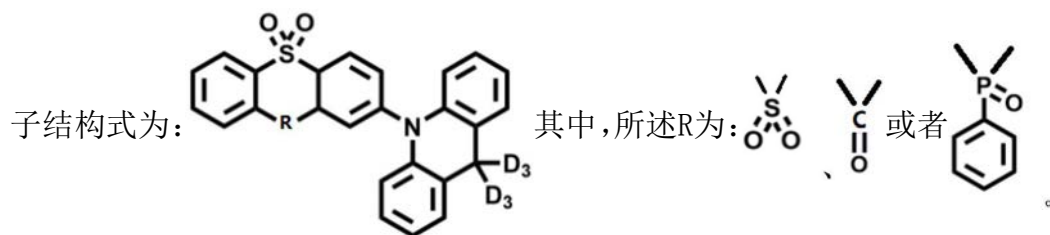
5. 如权利要求3所述电致发光材料的制备方法,其特征在于,所述第一反应物和第二反应物在溶剂中进行反应生成所述电致发光材料,所述溶剂包括苯乙烯、全氯乙烯、甲苯、三氯乙烯、丙酮、乙烯乙二醇醚和三乙醇胺中的一种或几种的组合。

6. 如权利要求5所述电致发光材料的制备方法,其特征在于,所述溶剂中具有添加剂,所述添加剂包括氢氧化钾、氢氧化钠、碳酸氢钠、[1,1'-双(二苯基膦基)二茂铁]二氯化钯(Pd(dppf)Cl₂)、醋酸钾(KOAc)、醋酸钠(NaOAc)、硝酸钾(KNO₃)、醋酸钯(Pd(OAc)₂)、硫酸镁(MgSO₄)和叔丁醇钠(NaO_t-Bu)和三叔丁基膦四氟硼酸盐中的一种或几种的组合。

7. 如权利要求3所述的电致发光材料的制备方法,其特征在于,所述第一反应物和第二反应物进行反应生成所述电致发光材料的反应温度为100摄氏度-150摄氏度。

8. 如权利要求3所述的电致发光材料的制备方法,其特征在于,所述第一反应物和第二反应物进行反应生成所述电致发光材料的反应时间为12小时-64小时。

9. 如权利要求3所述的电致发光材料的制备方法,其特征在于,所述电致发光材料的分



10. 一种发光器件,其特征在于,包括:

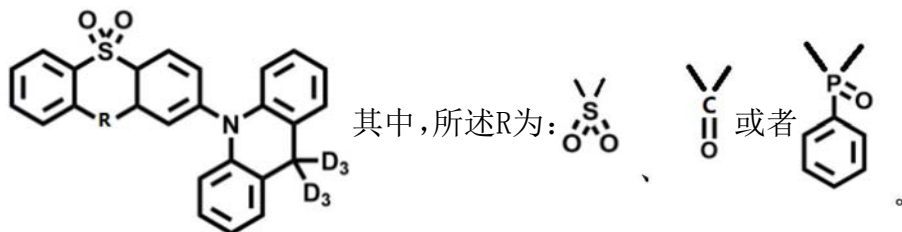
基板层,所述基板层包括衬底基板和设置于衬底基板上的第一电极层;

空穴传输和注入层,所述空穴传输和注入层设置于所述基板层上,并与所述第一电极层电连接;

发光层,所述发光层设置于所述空穴传输和注入层上;

电子传输层,所述电子传输层设置于所述发光层上;以及

第二电极层,所述第二电极层电连接所述电子传输层,其中,所述发光层包括电致发光材料,所述电致发光材料的分子结构式为:



电致发光材料、电致发光材料的制备方法及发光器件

技术领域

[0001] 本申请涉及显示领域,具体涉及一种电致发光材料、电致发光材料的制备方法及发光器件。

背景技术

[0002] 在现有技术中,有机发光二极管(Organic Light Emitting Diode)具有自发光特性,主导其发光的材料主要为电致发光材料,但是,当前的发出蓝光的电致发光材料的寿命短,往往导致有机发光二极管的实效,因此,有必要提供一种具有长寿命的、发出蓝光的电致发光材料、电致发光材料的制备方法及发光器件。

发明内容

[0003] 本申请提供一种电致发光材料、电致发光材料的制备方法及发光器件,以实现具有长寿命的、发出蓝光的电致发光材料、电致发光材料的制备方法及发光器件。

[0004] 一种电致发光材料,所述电致发光材料的分子结构式为:

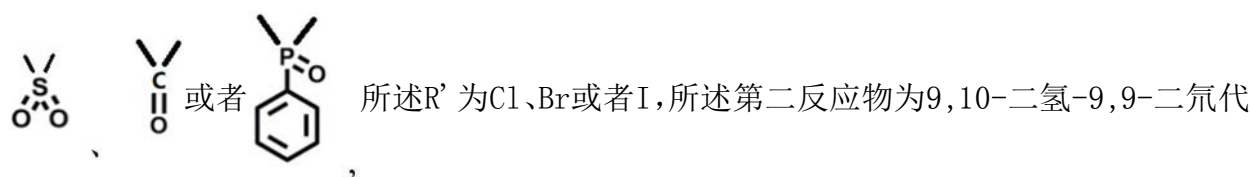


[0006] 在所述电致发光材料中,所述电致发光材料的发射波长为425纳米-475纳米。

[0007] 一种电致发光材料的制备方法,包括:

[0008] 提供第一反应物和第二反应物,所述第一反应物和第二反应物进行反应生成所述

电致发光材料,其中,所述第一反应物的分子结构式为  其中,所述R为



甲基吲哚,所述第二反应物的分子结构式为



[0009] 在所述电致发光材料的制备方法中,所述第一反应物和第二反应物的摩尔比为: 1:0.5-1:2。

[0010] 在所述电致发光材料的制备方法中,所述第一反应物和第二反应物在溶剂中进行反应生成所述电致发光材料,所述溶剂包括苯乙烯、全氯乙烯、甲苯、三氯乙烯、丙酮、乙烯

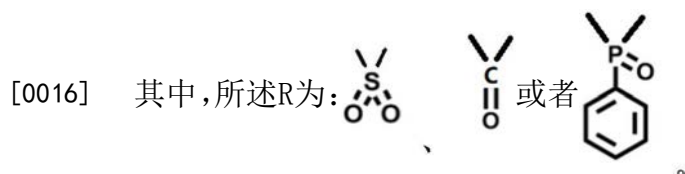
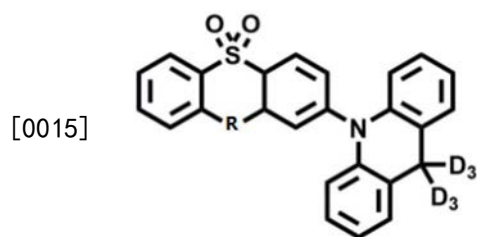
乙二醇醚和三乙醇胺中的一种或几种的组合。

[0011] 在所述电致发光材料的制备方法中,所述溶剂中具有添加剂,所述添加剂包括氢氧化钾、氢氧化钠、碳酸氢钠、[1,1'-双(二苯基膦基)二茂铁]二氯化钯(Pd(dppf)Cl₂)、醋酸钾(KOAc)、醋酸钠(NaOAc)、硝酸钾(KNO₃)、醋酸钯(Pd(OAc)₂)、硫酸镁(MgSO₄)和叔丁醇钠(NaO^t-Bu)和三叔丁基膦四氟硼酸盐中的一种或几种的组合。

[0012] 在所述电致发光材料的制备方法中,所述第一反应物和第二反应物进行反应生成所述电致发光材料的反应温度为100摄氏度-150摄氏度。

[0013] 在所述电致发光材料的制备方法中,所述第一反应物和第二反应物进行反应生成所述电致发光材料的反应时间为12小时-64小时。

[0014] 在所述电致发光材料的制备方法中,所述电致发光材料的分子结构式为:



[0017] 一种发光器件,包括:

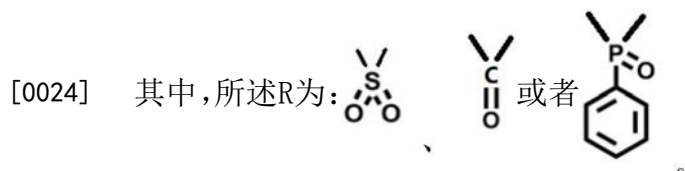
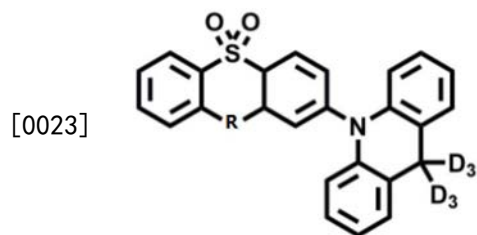
[0018] 基板层,所述基板层包括衬底基板和设置于衬底基板上的第一电极层;

[0019] 空穴传输和注入层,所述空穴传输和注入层设置于所述基板层上,并与所述第一电极层电连接;

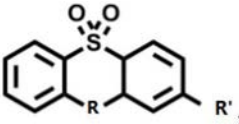
[0020] 发光层,所述发光层设置于所述空穴传输和注入层上;

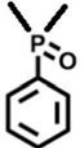
[0021] 电子传输层,所述电子传输层设置于所述发光层上;以及

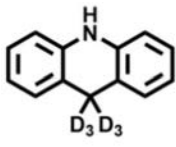
[0022] 第二电极层,所述第二电极层电连接所述电子传输层,其中,所述发光层包括电致发光材料,所述电致发光材料的分子结构式为:



[0025] 本申请实施方式所提供的电致发光材料、电致发光材料的制备方法及发光器件,包括:提供第一反应物和第二反应物,所述第一反应物和第二反应物进行反应生成包括所

述电致发光材料的混合物,其中,所述第一反应物的分子结构式为  其中,

所述R为 、 或者 , 所述R' 为Cl、Br或者I,所述第二反应物为9,10-二氢-9,

9-二氘代甲基吡啶,所述第二反应物的分子结构式为  分离提纯所述包括所述

电致发光材料的混合物,得到所述电致发光材料,从而实现了具有长寿命的、发出蓝光的电致发光材料、电致发光材料的制备方法及发光器件。

附图说明

[0026] 为了更清楚地说明本申请中的技术方案,下面将对实施方式描述中所需要使用的附图作简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图仅仅是本申请的一些实施方式,对于本领域技术人员来讲,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。

[0027] 图1为本申请所提供的电致发光材料在甲苯中的光致发光光谱图。

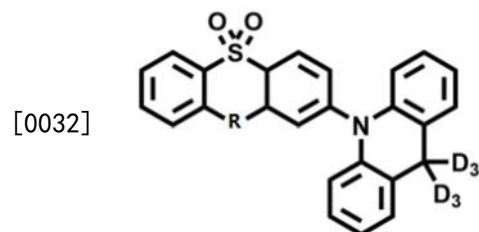
[0028] 图2为本申请所提供的发光器件的结构示意图。

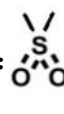
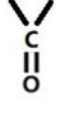
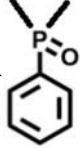
[0029] 图3为本申请所提供的发光器件与现有技术中的发光器件的发光效率随时间的衰减对比图。

具体实施方式

[0030] 下面将结合本申请实施方式中的附图,对本申请中的技术方案进行清楚、完整地描述。显然,所描述的实施方式仅仅是本申请一部分实施方式,而不是全部的实施方式。基于本申请中的实施方式,本领域技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施方式,都属于本申请保护的范围。

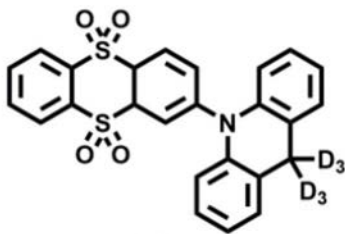
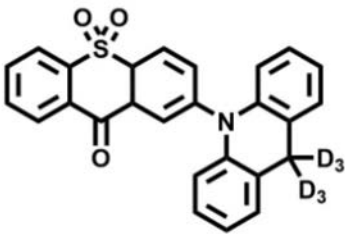
[0031] 本申请提供一种电致发光材料,所述电致发光材料的分子结构式为:



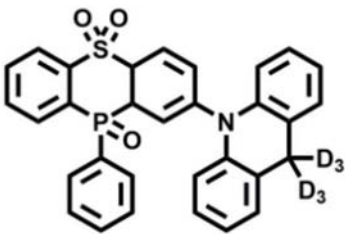
[0033] 其中,所述R为: 、 或者 。

[0034] 请参阅图1,图1为本申请所提供的电致发光材料在甲苯中的光致发光光谱图。所述电致发光材料的发射波长为425纳米-475纳米。所述电致发光材料发出的光线为蓝色。

[0039]

	PLPeak (nm)	S ₁ (eV)	T ₁ (eV)	ΔE _{ST} (eV)	HOMO (eV)	LUMO (eV)
	436	2.85	2.78	0.07	-5.55	-2.43
	449	2.76	2.66	0.10	-5.69	-2.44

[0040]

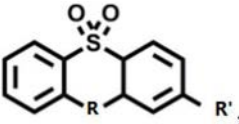
	463	2.68	2.53	0.15	-5.61	-2.43
---	-----	------	------	------	-------	-------

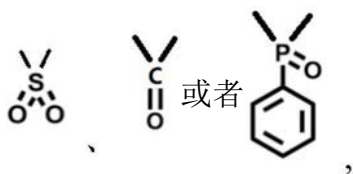
[0041] 表1

[0042] 其中, PL Peak为所述电致发光材料的荧光光谱的波峰值, S₁为最低单重态能级值、T₁为最低三重态能级值, ΔE_{ST}=S₁-T₁, HOMO为最高电子占据轨道的能级值, LUMO为最低电子未占据轨道的能级值。

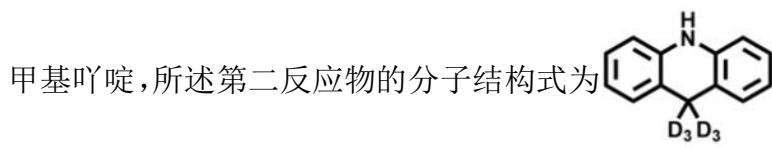
[0043] 本申请还提供一种电致发光材料的制备方法, 包括:

[0044] 提供第一反应物和第二反应物, 所述第一反应物和第二反应物进行反应生成所述

电致发光材料, 其中, 所述第一反应物的分子结构式为  其中, 所述R为



所述R' 为Cl、Br或者I,所述第二反应物为9,10-二氢-9,9-二氘代

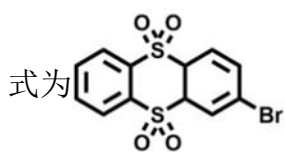


[0045] 在一种实施方式中,所述第一反应物和第二反应物的摩尔比为:1:0.5-1:2。在一些实施方式中,所述第一反应物和第二反应物的摩尔比可以为:1:0.8、1:1或者1:1.5等。在一些实施方式中,所述第一反应物和第二反应物的配比可以为10毫摩的所述第一反应物对应9毫摩的所述第二反应物、2摩尔的所述第一反应物对应2.5摩尔的所述第二反应物或者50毫摩的所述第一反应物对应60毫摩的所述第二反应物。

[0046] 在一种实施方式中,所述第一反应物和第二反应物在溶剂中进行反应生成所述电致发光材料。所述溶剂包括苯乙烯、全氯乙烯、甲苯、三氯乙烯、丙酮、乙二醇醚和三乙醇胺中的一种或几种的组合。所述溶剂中具有添加剂,所述添加剂包括氢氧化钾、氢氧化钠、碳酸氢钠、[1,1'-双(二苯基膦基)二茂铁]二氯化钯(Pd(dppf)Cl₂)、醋酸钾(KOAc)、醋酸钠(NaOAc)、硝酸钾(KNO₃)、醋酸钯(Pd(OAc)₂)、硫酸镁(MgSO₄)和叔丁醇钠(NaO_t-Bu)和三叔丁基膦四氟硼酸盐中的一种或几种的组合。

[0047] 在一种实施方式中,所述第一反应物和第二反应物进行反应生成所述电致发光材料的反应温度为100摄氏度-150摄氏度。所述第一反应物和第二反应物进行反应生成所述电致发光材料的反应时间为12小时-64小时。采用二氯甲烷、三氯甲烷和四氢呋喃中的一种或几种的组合对所述包括所述电致发光材料的混合物进行分离提纯以得到所述电致发光材料。

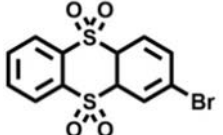
[0048] 在一种实施方式中,当所述R为 所述R' 为Br时,所述第一反应物的分子结构



[0049] 所述第一反应物和所述第二反应物进行反应生成所述电致发光材料的反应式为:

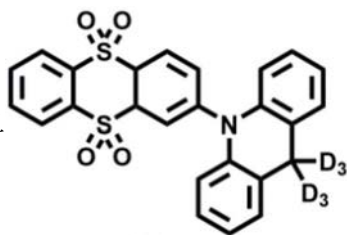
[0050]



[0051] 在一种实施方式中,向200mL二口瓶中加入10毫摩的 15毫摩的9,

10-二氢-9,9-二氘代甲基吡啶,0.2毫摩的醋酸钨和1毫摩的三叔丁基膦四氟硼酸盐,然后在手套箱中加入15毫摩叔丁醇钠(NaOt-Bu),在氩气氛围下打入40mL的甲苯,在110℃反应

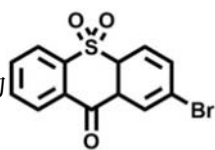
30小时,分离提纯,得到所述电致发光材料



[0052] 在一种实施方式中,当所述R为所述R'为Br时,所述第一反应物的分子结构



式为

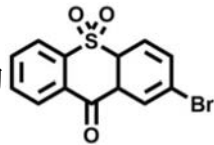


[0053] 所述第一反应物和所述第二反应物进行反应生成所述电致发光材料的反应式为:

[0054]

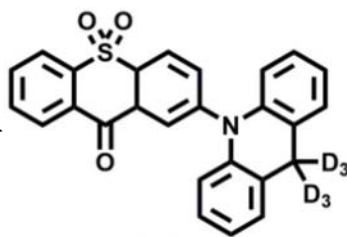


[0055] 在一种实施方式中,向200mL二口瓶中加入5毫摩的  4毫摩的9,10-

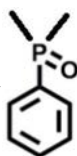


二氢-9,9-二氘代甲基吡啶, 0.4毫摩的醋酸钨和1毫摩的三叔丁基膦四氟硼酸盐, 然后在手套箱中加入15毫摩叔丁醇钠(NaOt-Bu), 在氩气氛围下打入40mL的甲苯, 在120℃反应36小

时,分离提纯,得到所述电致发光材料



[0056] 在一种实施方式中,当所述R为所述R'为Br时,所述第一反应物的分子结



构式为

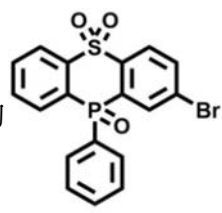
O=P(c1ccccc1)(c2cc3ccccc3s2C(=O)S(=O)c4ccccc44)c5cc6ccccc6s5C(=O)S(=O)c7ccccc77Br

[0057] 所述第一反应物和所述第二反应物进行反应生成所述电致发光材料的反应式为：

[0058]

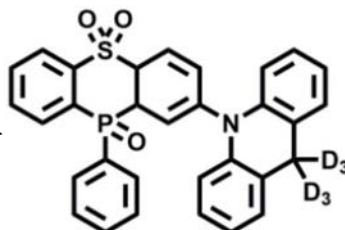


[0059] 在一种实施方式中,向100mL二口瓶中加入3毫摩的  4毫摩的9,



10-二氢-9,9-二氘代甲基吡啶,0.1毫摩的醋酸钨和0.5毫摩的三叔丁基膦四氟硼酸盐,然后在手套箱中加入10毫摩叔丁醇钠(NaOt-Bu),在氩气氛围下打入40mL的甲苯,在110℃反

应48小时,分离提纯,得到所述电致发光材料



[0060] 在分离提纯中,可以先将反应液冷却至室温,将反应液倒入冰水中,采用萃取溶剂萃取2次-5次,合并有机相,旋成硅胶,采用层析柱进行层析,得蓝白色粉末,也即所述电致发光材料。所述电致发光材料的产率大于等于55%。

[0061] 所述萃取溶剂可以为二氯甲烷、三氯甲烷和四氢呋喃中的一种或几种的组合。所述层析柱的配比可以为二氯甲烷的体积:正己烷的体积=1:0.5-1:10。

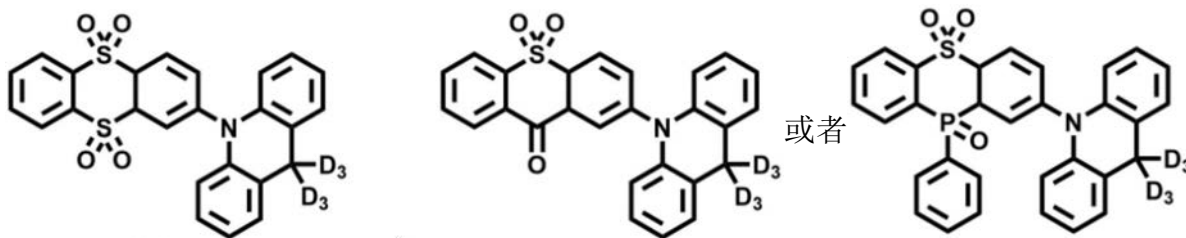
[0062] 请参阅图2,图2为本申请所提供的发光器件的结构示意图。

[0063] 本申请提供一种发光器件10。所述发光器件10包括基板层11、空穴传输和注入层12、发光层13、电子传输层14和第二电极层15。

[0064] 所述基板层11包括衬底基板111和设置于衬底基板111上的第一电极层112。所述空穴传输和注入层12设置于所述基板层10上。所述空穴传输和注入层12与所述第一电极层112电连接。所述发光层13设置于所述空穴传输和注入层12上。所述电子传输层14设置于所述发光层13上。所述第二电极层15电连接所述电子传输层14。

[0065] 所述衬底基板111可以为玻璃基板。所述第一电极层112可以采用氧化铟锡。所述空穴传输和注入层12可以为聚3,4-乙撑二氧噻吩:聚苯乙烯磺酸盐(PEDOT:PSS)。所述电子传输层14可以为1,3,5-三(3-(3-吡啶基)苯基)苯(Tm3PyPB)。所述阴极层15可以为氟化锂/

铝 (LiF/Al)。所述发光层13包括所述电致发光材料,所述电致发光材料的分子结构式为:



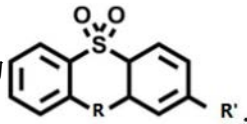
[0066] 请参阅图3,为本申请所提供的发光器件与现有技术中的发光器件的发光效率随时间的衰减对比图。请参阅表2,表2为本申请所提供的发光器件与现有技术中的发光器件的性能数据表。

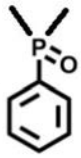
[0067]

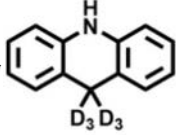
	最高电流效率 (cd/A)	色坐标 CIEy	最大外量子效率 (%)
本申请的发光器件	15.3	0.09	20.7
现有技术的发光器件	15.4	0.09	20.8

[0068] 本申请所提供的发光器件和现有技术中的发光器件在相似的最高电流效率、相同的色坐标值、相似的最大外量子效率的情况下,本申请所提供的发光器件在时间为t时的发光效率仅衰减百分比小于1%,而现有技术中的发光器件在时间为t时的发光效率仅衰减百分比已经达到2%。

[0069] 本申请实施方式所提供的电致发光材料、电致发光材料的制备方法及发光器件,包括:提供第一反应物和第二反应物,所述第一反应物和第二反应物进行反应生成包括所

述电致发光材料的混合物,其中,所述第一反应物的分子结构式为  其中,

所述R为  或者  所述R' 为Cl、Br或者I,所述第二反应物为9,10-二氢-9,

9-二氘代甲基吡啶,所述第二反应物的分子结构式为  分离提纯所述包括所述

电致发光材料的混合物,得到所述电致发光材料,从而实现了具有长寿命的、发出蓝光的电致发光材料、电致发光材料的制备方法及发光器件。

[0070] 以上对本申请实施方式提供了详细介绍,本文中应用了具体个例对本申请的原理及实施方式进行了阐述,以上实施方式的说明只是用于帮助理解本申请。同时,对于本领域

的技术人员,依据本申请的思想,在具体实施方式及应用范围上均会有改变之处,综上所述,本说明书内容不应理解为对本申请的限制。。

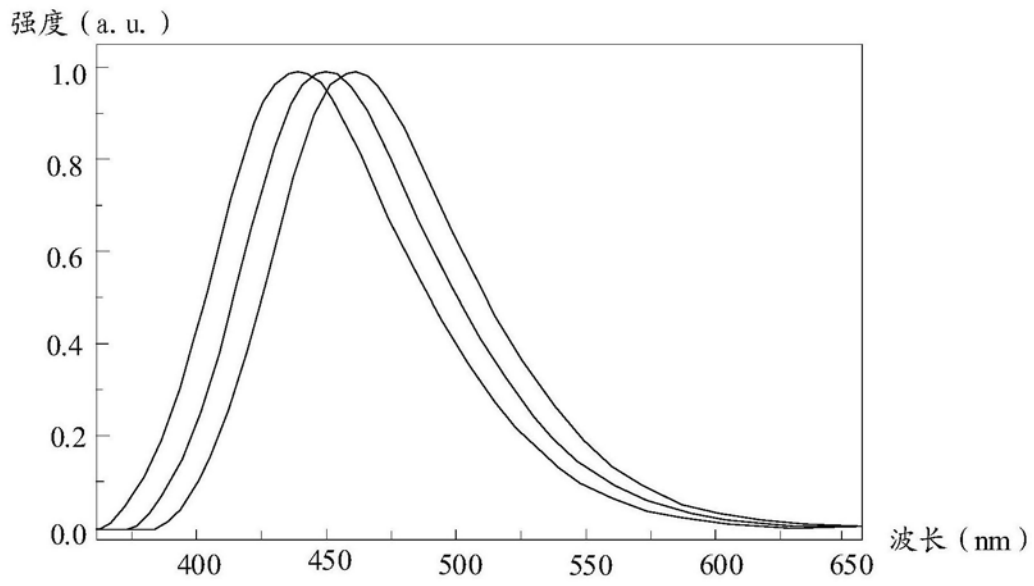


图1

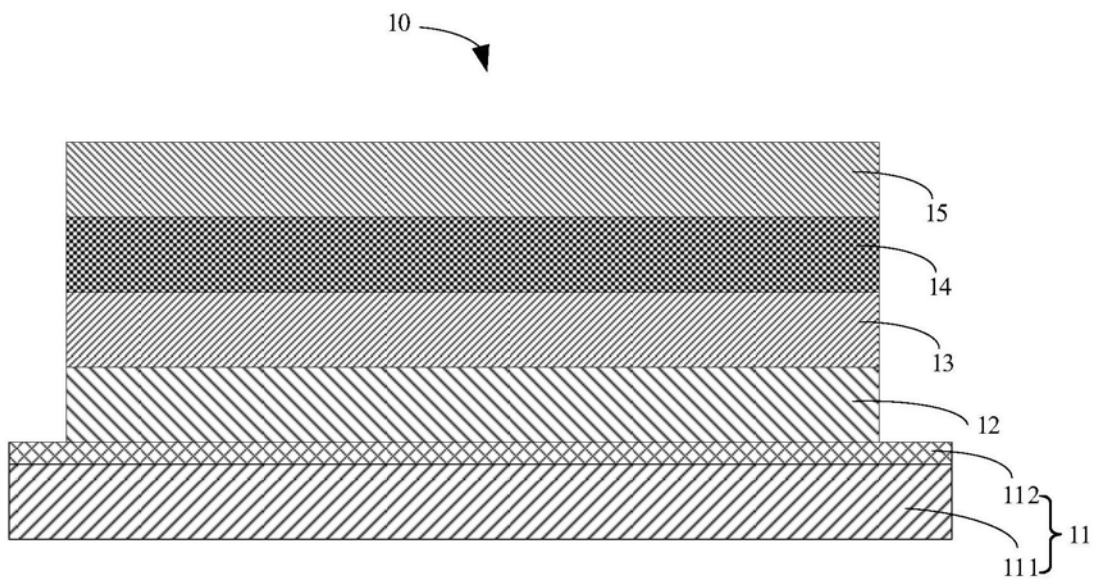
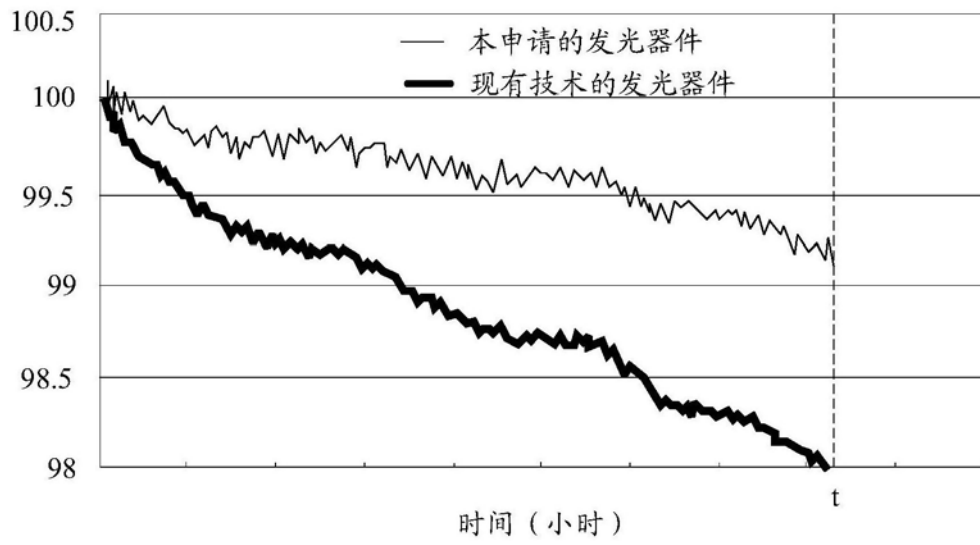


图2

发光效率 (%)



专利名称(译)	电致发光材料、电致发光材料的制备方法及发光器件		
公开(公告)号	CN109251745A	公开(公告)日	2019-01-22
申请号	CN201811208818.7	申请日	2018-10-17
[标]发明人	罗佳佳 李先杰 顾宇 黄金昌 杨林 白亚梅		
发明人	罗佳佳 李先杰 顾宇 黄金昌 杨林 白亚梅		
IPC分类号	C09K11/06 C07D409/04 C07F9/6578 H01L51/50 H01L51/54		
CPC分类号	C07D409/04 C07F9/6578 C09K11/06 C09K2211/1029 C09K2211/1092 C09K2211/1096 H01L51/0071 H01L51/0072 H01L51/0074 H01L51/5012		
代理人(译)	黄威		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

本申请实施方式所提供的电致发光材料、电致发光材料的制备方法及发光器件，包括：提供第一反应物和第二反应物，所述第一反应物和第二反应物进行反应生成包括所述电致发光材料的混合物，其中，所述第一反应物的分子结构式为其中，所述R为或者所述R'为Cl、Br或者I。所述第二反应物为9,10-二氢-9,9-二氘代甲基吡啶，所述第二反应物的分子结构式为分离提纯所述包括所述电致发光材料的混合物，得到所述电致发光材料，从而实现了具有长寿命的、发出蓝光的电致发光材料、电致发光材料的制备方法及发光器件。

