



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106876611 B

(45)授权公告日 2018.06.15

(21)申请号 201611195588.6

CN 103194234 A,2013.07.10,全文.

(22)申请日 2016.12.22

CN 103833790 A,2014.06.04,全文.

(65)同一申请的已公布的文献号

审查员 苏治平

申请公布号 CN 106876611 A

(43)申请公布日 2017.06.20

(73)专利权人 江门市海菱家居饰品有限公司

地址 529000 广东省江门市江海区外海东
睦路39号

(72)发明人 陈庆 曾军堂 王镭迪

(51)Int.Cl.

H01L 51/54(2006.01)

H01L 51/56(2006.01)

(56)对比文件

WO 2005/064702 A1,2005.07.14,全文.

CN 101113331 A,2008.01.30,全文.

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种用于OLED显示的复合蓝光材料的制备
方法及应用

(57)摘要

本发明属于蓝光材料领域,具体的是一种用于OLED显示的复合蓝光材料的制备方法以及应用。将蓝光材料作为基础,与聚对苯撑乙烯类有机物和聚芴类有机物冷冻研磨,然后分散于液状聚吡咯中,通过冷冻研磨复合使得到的复合蓝光材料的电压稳定性、热稳定性、以及发光效率和使用寿命得到大幅提升。进一步,提供上述方法制备的液状复合蓝光材料的应用方法,其特征是将液状复合蓝光材料通过滚涂、旋转涂、印刷等在基板上形成涂层,同时采用微波的瞬时热快速聚合,在基板上形成稳定的发光薄膜层。大幅提升了发光层的成膜均匀性、高效性、超薄性、致密性,极大地提升了器件的使用寿命。

1. 一种用于OLED显示的复合蓝光材料的制备方法,其特征在于,将蓝光材料作为基础,与聚对苯撑乙烯类有机物和聚茈类有机物冷冻研磨,然后分散于液状聚吡咯中,得到液状复合蓝光材料;具体制备方法如下:

(1) 将基础蓝光材料、聚对苯撑乙烯类有机物、聚茈类有机物以质量比1:(0.2-0.5):(0.05-0.1)混合均匀,加入到低温研磨机中,在-10℃至-20℃的温度,100-200r/min 的转速条件下充分混合研磨反应1-2h后出料;

(2) 将步骤(1)得到的研磨料与液状聚吡咯、分散剂以质量比1:(20-30):(0.2-0.5)的比例混合,在反应釜中通过超声分散1-3h,加入占分散料体积0.05-0.08%的引发剂混合均匀,即得到液状复合蓝光材料。

2. 根据权利要求1所述一种用于OLED显示的复合蓝光材料的制备方法,其特征在于:所述的基础蓝光材料为N-芳香基苯并咪唑类、1,2,4-三唑衍生物、1,3-4-噁二唑的衍生物、双茈类有机物中的至少一种。

3. 根据权利要求1所述一种用于OLED显示的复合蓝光材料的制备方法,其特征在于:所述基础蓝光材料为N-芳香基苯并咪唑类、1,2,4-三唑衍生物、1,3-4-噁二唑的衍生物以质量比例1:0.5:0.5混合。

4. 根据权利要求1所述一种用于OLED显示的复合蓝光材料的制备方法,其特征在于:所述研磨机为雷蒙磨、立式磨、球磨机、星盘磨中的一种。

5. 根据权利要求1所述一种用于OLED显示的复合蓝光材料的制备方法,其特征在于:所述的分散剂为六偏磷酸钠、十二烷基磺酸钠、三聚磷酸钠中的一种。

6. 根据权利要求1所述一种用于OLED显示的复合蓝光材料的制备方法,其特征在于:所述引发剂为偶氮二异丁腈、过氧化二酰、过硫酸盐中的一种。

7. 一种用于OLED显示的复合蓝光材料的应用,其特征是:权利要求1-6任一项所述方法制备的复合蓝光材料通过滚涂、旋转涂或印刷的方法在基板上形成涂层,同时采用微波的瞬时热快速聚合,在基板上形成稳定的发光薄膜层。

一种用于OLED显示的复合蓝光材料的制备方法及应用

技术领域

[0001] 本发明属于蓝光材料领域,具体的是一种用于OLED显示的复合蓝光材料的制备方法以及应用。

背景技术

[0002] 随着电子信息技术的发展,越来越多的工作需要电子终端完成。因此显示技术至关重要。目前大多数的显示器都是采用TFT-LCD,若想做到轻薄短小,方便随身携带,屏幕显示的信息量就不够;若想一次显示足够信息量,体积就太大而不易携带,也可能耗电太大。对于未来的显示器,消费者希望能够显示信息量够大,收藏起来方便,并且低功耗、摔不破、可弯曲折叠或收卷容易之产品。因此,有机电致发光二极管(OLED)制成的可视柔性面板发挥了重要的作用,其不但通过印刷等制成可弯曲、卷取的柔性显示板,更为重要的是OLED具有出色的对比度、亮度,以及高速响应时间。有机电致发光显示技术(OLED),其基础材料是将有机发光材料夹在两个电极之间所构造的发光器件,具有重量轻,响应快,亮度高,耐冲击,低电压,可视角度大等优点。而在OLED的研究中,有机材料的选择起着决定性的作用。OLED中用到的有机材料主要有空穴注入材料、空穴传输材料、发光材料、电子传输材料及电子注入材料等,而发光材料是其中的主要材料。但目前发光材料的发光效率仍不能满足OLED的要求,而且寿命较短。特别是蓝光材料由于热稳定性差,其薄膜形态在长时间的电场作用下易结晶,导致发光材料衰减以及发光效率的降低。

[0003] 中国发明专利申请号200510112410.6公开了一种用于发光显示器件的8-羟基喹啉铝/氧化硅复合发光材料的制备方法。属于发光材料领域。包括下述步骤:(1)对8-羟基喹啉(HQ)进行功能化改性,嫁接有机活性反应基团;(2)改性过的8-羟基喹啉溶于乙醇,然后加入硅烷偶联剂,制得硅烷化配体(SiHQ);(3)将硅烷化配体(SiHQ)配成二甲基甲酰胺(DMF)溶液,加入正硅酸乙酯(TEOS),再加入去离子水及铝离子溶液,搅拌、干燥,取出后得到8-羟基喹啉铝/氧化硅有机-无机复合发光材料。该材料发光强度高,发射光谱在蓝光范围内,可以实现溶液中的处理,利于OLED器件构造,对水及氧的化学稳定性强,有利于延长器件寿命,原料价格低廉。但该工艺相对不够简单,工艺生产线较长,不太利于大生产。

[0004] 中国发明专利申请号201310680669.5公开了一种橙色磷光OLED材料。该橙色磷光材料,其结构通式如式I所示。本发明基于电致磷光材料需要好的成膜性能和具有较短磷光寿命的高效磷光材料,同时提高发光效率,提高发光器件的性能,提供了一系列具有吡啶基团的铱或铂配合物电致磷光发光材料。该类化合物具有成膜性能优异,发光效率高等特点,而且原料易得,制备简便,总体收率高,大大降低的磷光材料的成本,但此材料其稳定性本省有一定的欠缺,使用寿命欠佳。

[0005] 中国发明专利申请号201310724530.6公开了一系列有机磷光OLED材料。该有机磷光OLED材料的结构通式如式I所示。该材料是以10,11-二氢螺芴为主体,经过2-吡啶基的修饰而得。由于10,11-位缺电子基团双键的影响,使得分子之间更利于空穴传输,大大提高了对激子的捕获能力,由于螺芴分子的扭曲,增大了分子 π - π 重叠空间,有效的缩短磷光寿命,

提高发光效率,提高发光器件的性能,本发明涉及的化合物具有成膜性成优异,发光效率高特点,但其原料来源不够容易,生产成本偏高,不利于规模化应用。

[0006] 根据上述,我们提出的复合蓝光材料具有很好的电压稳定性,热稳定性,以及高发光效率,利于OLED器件构造,并且能延长使用寿命,工艺相对简单,利于中试及工业化规模生产。

发明内容

[0007] 针对目前各种发光材料电压稳定性和热稳定性差,发光效率低,不易实现产业化生产等缺点,本发明提出一种用于OLED显示的复合蓝光材料的制备方法,其特征是以蓝光材料为基础,与聚对苯撑乙烯类和聚茱类冷冻研磨,然后分散于液状聚吡咯中,得到用于OLED显示的复合蓝光材料,具有很好的电压稳定性,热稳定性,以及高发光效率,利于OLED器件构造,并且能延长使用寿命,工艺相对简单,利于中试及工业化规模生产。进一步提供了该复合蓝光材料的应用方法。

[0008] 为解决上述问题,本发明采用以下技术方案:

[0009] 一种用于OLED显示的复合蓝光材料的制备方法,其特征在于,将蓝光材料作为基础,与聚对苯撑乙烯类有机物和聚茱类有机物冷冻研磨,然后分散于液状聚吡咯中,得到液状复合蓝光材料;具体制备方法如下:

[0010] (1)将基础蓝光材料、聚对苯撑乙烯类有机物、聚茱类有机物以质量比1:(0.2-0.5):(0.05-0.1)混合均匀,加入到低温研磨机中,在-10℃至-20℃的温度,100-200r/min的转速条件下充分混合研磨反应1-2h后出料;

[0011] (2)将步骤(1)得到的研磨料与液状聚吡咯、分散剂以质量比1:(20-30):(0.2-0.5)的比例混合,在反应釜中通过超声分散1-3h,加入分散料体积0.05-0.08%的引发剂混合均匀,即得到液状复合蓝光材料。

[0012] 所述的基础蓝光材料为N-芳香基苯并咪唑类、1,2,4-三唑衍生物、1,3,4-噁二唑的衍生物、双茱类有机物中的至少一种。

[0013] 优选的,所述基础蓝光材料为N-芳香基苯并咪唑类、1,2,4-三唑衍生物、1,3,4-噁二唑的衍生物以质量比例1:0.5:0.5混合。

[0014] 所述研磨机选择雷蒙磨、立式磨、球磨机、星盘磨中的一种。

[0015] 所述的分散剂为六偏磷酸钠、十二烷基磺酸钠、三聚磷酸钠中的一种。

[0016] 所述引发剂为偶氮二异丁腈、过氧化二酰、过硫酸盐中的一种。

[0017] 进一步,提供上述方法制备的液状复合蓝光材料的应用方法,其特征是将液状复合蓝光材料通过滚涂、旋转涂、印刷等在基板上形成涂层,同时采用微波的瞬时热快速聚合,在基板上形成稳定的发光薄膜层。

[0018] 本发明一种用于OLED显示的复合蓝光材料得制备方法,将蓝光材料作为基础,与聚对苯撑乙烯类有机物和聚茱类有机物冷冻研磨,然后分散于液状聚吡咯中,通过冷冻研磨复合使得到的复合蓝光材料的电压稳定性、热稳定性、以及发光效率和使用寿命得到大幅提升。

[0019] 一个典型的应用是,将复合蓝光材料打印在空穴传输层上通过微波加热1-2s形成厚度为25nm 的发光层,用于组装的OLED装置在3.5V的驱动电压下展示亮度为1000cd/m²,

电流密度为 $10.0\text{mA}/\text{cm}^2$ 。发光效率达到72%。使用寿命超过2000h。其表现出良好的电压稳定性,热稳定性,以及高发光效率和使用寿命。

[0020] 本发明一种用于OLED显示的复合蓝光材料的制备方法及应用,与现有技术相比,其突出的特点和优异的效果在于:

[0021] 1、提出了采用冷冻研磨的方法将基础蓝光材料、聚对苯撑乙烯类有机物、聚芴类有机物复合,较佳的保持了各自的优点,使复合蓝光材料在电压稳定性,热稳定性,发光效率、使用寿命等方面表现突出。

[0022] 2、通过预制成可快速热聚合的液状复合蓝光材料,大幅提升了发光层的成膜均匀性、高效性、超薄性、致密性,极大地提升了器件的使用寿命。

[0023] 3、本发明能够实现了连续、稳定、规模化制备,将进一步推动了蓝光材料的大规模产业化发展,具有显著的市场应用价值。

具体实施方式

[0024] 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,根据本领域普通技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。

[0025] 实施例1

[0026] (1)将N-芳香基苯并咪唑类、1,2,4-三唑衍生物、1,3-4-噁二唑的衍生物以质量比例1:0.5:0.5混合组成基础蓝光材料,然后将基础蓝光材料、聚对苯撑乙烯类有机物、聚芴类有机物以质量比1:0.2:0.05混合均匀,加入到立式磨,在 -20°C 的温度,100r/min 的转速条件下充分混合研磨反应1h后出料;

[0027] (2)将步骤(1)得到的研磨料与液状聚吡咯、分散剂三聚磷酸钠以质量比1:30:0.2的比例混合,在反应釜中通过超声分散1h,加入分散料体积0.05%的引发剂偶氮二异丁腈混合均匀,即得到液状复合蓝光材料。

[0028] 将液状复合蓝光材料打印在空穴传输层上通过微波加热1-2s形成厚度为25nm 的发光层,用于组装的OLED装置在3.5V的驱动电压下展示亮度为 $1000\text{cd}/\text{m}^2$,电流密度为 $10.0\text{mA}/\text{cm}^2$ 。发光效率达到72%。使用寿命目前已超过2000h。其表现出良好的电压稳定性,热稳定性,以及高发光效率和使用寿命。

[0029] 实施例2

[0030] (1)将基础蓝光材料N-芳香基苯并咪唑类、聚对苯撑乙烯类有机物、聚芴类有机物以质量比1:0.5:0.05混合均匀,加入到低温雷蒙磨中,在 -10°C 的温度,200r/min 的转速条件下充分混合研磨反应2h后出料;

[0031] (2)将步骤(1)得到的研磨料与液状聚吡咯、分散剂六偏磷酸钠以质量比1:20:0.5的比例混合,在反应釜中通过超声分散3h,加入分散料体积0.08%的引发剂过氧化二酰混合均匀,即得到液状复合蓝光材料。

[0032] 将液状复合蓝光材料打印在空穴传输层上通过微波加热2s形成厚度为30nm 的超薄发光层,用于组装的OLED装置在4.7V的驱动电压下展示亮度为 $980\text{cd}/\text{m}^2$,发光效率达到68%。使用寿命目前已超过2000h。其表现出良好的电压稳定性,热稳定性,以及高发光效率和使用寿命。

[0033] 实施例3

[0034] (1)将1,3-4-噁二唑的衍生物、双芪类有机物组成的基础蓝光材料、聚对苯撑乙烯类有机物、聚茆类有机物以质量比1:0.3:0.1混合均匀,加入到低温行星磨中,在-20℃的温度,100r/min 的转速条件下充分混合研磨反应2h后出料;

[0035] (2)将步骤(1)得到的研磨料与液状聚吡咯、分散剂三聚磷酸钠以质量比1:25:0.3的比例混合,在反应釜中通过超声分散2h,加入分散料体积0.06%的引发剂过硫酸盐混合均匀,即得到液状复合蓝光材料。

[0036] 将液状复合蓝光材料打印在空穴传输层上通过微波加热3s形成厚度为35nm 的发光层,用于组装的OLED装置在4.5V的驱动电压下展示亮度为800cd/m²。发光效率达到66%。使用寿命超过2000h。其表现出良好的电压稳定性,热稳定性,以及高发光效率和使用寿命。

[0037] 实施例4

[0038] (1)将N-芳香基苯并咪唑类、1,2,4-三唑衍生物组成的基础蓝光材料、聚对苯撑乙烯类有机物、聚茆类有机物以质量比1:0.5:0.05混合均匀,加入到低温球磨机中,在-10℃至-20℃的温度,150r/min 的转速条件下充分混合研磨反应1h后出料;

[0039] (2)将步骤(1)得到的研磨料与液状聚吡咯、分散剂十二烷基磺酸钠以质量比1:30:0.5的比例混合,在反应釜中通过超声分散3h,加入分散料体积0.08%的引发剂过硫酸盐混合均匀,即得到液状复合蓝光材料。

[0040] 将液状复合蓝光材料打印在空穴传输层上通过微波加热1s形成厚度为30nm 的发光层,用于组装的OLED装置在3.5V的驱动电压下展示亮度为900cd/m²,发光效率达到60%。使用寿命超过2000h。其表现出良好的电压稳定性,热稳定性,以及高发光效率和使用寿命。

专利名称(译)	一种用于OLED显示的复合蓝光材料的制备方法及应用		
公开(公告)号	CN106876611B	公开(公告)日	2018-06-15
申请号	CN201611195588.6	申请日	2016-12-22
[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		
[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	H01L51/54 H01L51/56		
CPC分类号	H01L51/0032 H01L51/0035 H01L51/5012 H01L51/56		
审查员(译)	苏治平		
其他公开文献	CN106876611A		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

本发明属于蓝光材料领域，具体的是一种用于OLED显示的复合蓝光材料的制备方法以及应用。将蓝光材料作为基础，与聚对苯撑乙烯类有机物和聚芴类有机物冷冻研磨，然后分散于液状聚吡咯中，通过冷冻研磨复合使得到的复合蓝光材料的电压稳定性、热稳定性、以及发光效率和使用寿命得到大幅提升。进一步，提供上述方法制备的液状复合蓝光材料的应用方法，其特征是将液状复合蓝光材料通过滚涂、旋转涂、印刷等在基板上形成涂层，同时采用微波的瞬时热快速聚合，在基板上形成稳定的发光薄膜层。大幅提升了发光层的成膜均匀性、高效性、超薄性、致密性，极大地提升了器件的使用寿命。