



## (12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106784404 B

(45)授权公告日 2018.03.23

(21)申请号 201611202679.8

(22)申请日 2016.12.23

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106784404 A

(43)申请公布日 2017.05.31

(73)专利权人 江苏聚龙显示科技有限公司

地址 224000 江苏省盐城市盐都区盐龙街  
道高新技术创业园D3栋(E)

(72)发明人 赵圣铭

(74)专利代理机构 北京权智天下知识产权代理

事务所(普通合伙) 11638

代理人 王新爱

(51)Int.Cl.

H01L 51/56(2006.01)

H01L 51/54(2006.01)

(56)对比文件

CN 102265421 A,2011.11.30,全文.

CN 104326858 A,2015.02.04,全文.

WO 2015/139480 A1,2015.09.24,全文.

CN 1699441 A,2005.11.23,全文.

审查员 苏治平

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种可涂布印刷的OLED长链光电材料及制备方法

(57)摘要

本发明提供了一种可涂布印刷的OLED长链光电材料及制备方法。通过将传输材料在胶体液辅助下研磨至均匀胶态,然后与发光材料在交联剂作用下直接连接组装,从而形成胶态长链的光电材料,实现传输材料与发光材料的高度匹配。该方法使得OLED的制备工艺过程大幅简化,推进了OLED的应用进程。该长链光电材料不仅可通过喷墨、打印、涂布制备器件,还可以提高器件的发光效率和寿命。

1. 一种可涂布印刷的OLED长链光电材料的制备方法,其特征在于将传输材料在胶体液辅助下研磨至均匀胶态,然后与发光材料在交联剂作用下直接连接组装,从而形成胶态长链的光电材料,实现传输材料与发光材料的高度匹配,具体步骤如下:

(1) 将聚丙烯酸乳液、三聚磷酸盐、有机胺、乙二胺四乙酸及烷基酚聚氧乙烯醚按一定比例混合并搅拌均匀,得到辅助胶体液;

(2) 将传输材料与步骤(1)所得胶体液按一定比例混合,加入研磨机中,缓慢增加研磨压力,并控制研磨温度,研磨结束时缓慢将研磨压力降低,得到均匀胶态混合物;

(3) 将步骤(2)所得胶态混合物与发光材料按一定比例混合,并加入一定质量分数的交联剂,升高温度使其发生聚合反应,得到胶态长链的组装材料,即可涂布印刷的OLED长链光电材料。

2. 根据权利要求1所述的一种可涂布印刷的OLED长链光电材料的制备方法,其原材料的特征在于:所述传输材料为8-羟基喹啉铝类化合物、噁二唑类化合物、喹啉类化合物及含氮杂环化合物中的至少一种所组成。

3. 根据权利要求1所述的一种可涂布印刷的OLED长链光电材料的制备方法,其原材料的特征在于:所述发光材料为N-芳香基苯并咪唑类、1,2,4-三唑衍生物、1,3-4-噁二唑的衍生物及双芪类物中的至少一种组成。

4. 根据权利要求1所述的一种可涂布印刷的OLED长链光电材料的制备方法,其原材料的特征在于:所述交联剂为过氧化二异丙苯、过氧化苯甲酰、二叔丁基过氧化物及过氧化氢二异丙苯中的至少一种组成。

5. 根据权利要求1所述的一种可涂布印刷的OLED长链光电材料的制备方法,其特征在于:所述胶体液的原料配比按重量份计为聚丙烯酸乳液40~60份、三聚磷酸盐20~30份、有机胺10~15份、乙二胺四乙酸5~10份、烷基酚聚氧乙烯醚5~10份;所述传输材料与发光材料的配比按重量份计为传输材料40~60份、发光材料40~60份;所述胶体液的使用量为传输材料质量的20~40%;所述交联剂的使用量为传输材料和发光材料质量之和的2~5%。

6. 根据权利要求1所述的一种可涂布印刷的OLED长链光电材料的制备方法,其特征在于:所述的研磨机,稳定状态的研磨压力为80~120g/cm<sup>2</sup>,研磨时间为30~60min,研磨时物料温度不高于80℃。

7. 根据权利要求1所述的一种可涂布印刷的OLED长链光电材料的制备方法,其特征在于:所述的交联过程中,反应温度为120-160℃,反应时间为20~30min。

8. 一种可涂布印刷的OLED长链光电材料,其特征在于:所述OLED长链光电材料由权利要求1-7任一项所述方法制备而得。

## 一种可涂布印刷的OLED长链光电材料及制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及光电材料领域,具体涉及OLED光电材料的改进,特别涉及一种可涂布印刷的OLED长链光电材料的制备。

### 背景技术

[0002] 随着社会经济的发展,人们对新能源的要求也越来越高。作为目前全球最受瞩目的新一代光源,LED因其高亮度、低热量、长寿命、无毒、可回收再利用等优点,被称为是21世纪最有发展前景的绿色照明光源。而且与传统显示器相比,LED具有超轻薄、全固化、自发光、不需背光源、亮度高、视角宽、响应速度快,驱动电压低、功耗小、色彩鲜艳、对比度高、工艺过程简单、温度特性好、可实现柔软显示等优点,可广泛应用于平板显示器和面光源,被认为是继液晶显示器LCD 和等离子显示器之后的下一代平面显示器新兴应用技术,因而得到了广泛地研究、开发和使用。

[0003] 在此基础上,OLED是一种使用有机材料发光的电流型半导体材料,具有自发光的特性,同时有着柔性、轻薄、省电、可视角度等优点,已成为了业界发展的新焦点。随着OLED技术的不断成熟,其应用场景也将大大扩展,尤其我国已成为全球最大的OLED应用市场,发展前景不可估量。

[0004] OLED 的基本结构,是在一金属阴极和一透明阳极之间夹一层有机材料,其中有机材料由电子传输、空穴传输、发光材料组成,是OLED的关键材料。其传输性能,电发光性能、使用寿命、各种材料之间的匹配成为目前问题的关键。发光材料选用方面,有机材料的特性深深地影响元件的观点特性表现。阳极材料须具有高功函数和可透光性,阴极部分需要低功函数的金属或复合金属。电子传输层采用制膜安定性高、了稳定且电子传输性佳的化合物,空穴传输层的材料属于一种芳香胺荧光化合物。有机发光材料蓄具备固态下游较强荧光、载之传输性能好、热稳定性和化学稳定性佳、量子效率高和能够真空蒸镀特性的材料,一般与电子传输层或空穴传输层采用的材料相同。

[0005] 目前,OLED按发光材料分为两种:小分子OLED和高分子OLED。小分子OLED主体材料掺杂磷光配合物主要采用真空蒸镀方法,高分子OLED器件则采用旋转涂覆或喷涂印刷工艺,但传统的上述两种制备工艺均较为复杂,制备成本高,其中小分子材料本身易于结晶,致使所制备器件的稳定性差,特别是采用真空蒸镀方法,传输层与发光材料的不稳定性以及不匹配问题突出,造成制备器件困难、寿命短等严重问题,制约着OLED的发展。

[0006] 根据以上背景,本发明提供了一种可涂布印刷的OLED长链光电材料及制备方法。通过将传输材料在胶体液辅助下研磨至均匀胶态,然后与发光材料在交联剂作用下直接连接组装,从而形成胶态长链的光电材料,从而实现传输材料与发光材料的高度匹配。该方法使得OLED的制备工艺过程大幅简化,推进了OLED的应用进程。

### 发明内容

[0007] 小分子OLED器件采用的真空蒸镀方法和传统高分子OLED器件的旋转涂覆等工艺,

存在着工艺复杂,制备成本高的缺点,其中小分子材料本身易于结晶,致使所制备器件的稳定性差,特别是采用真空蒸镀方法,传输层与发光材料的不稳定性以及不匹配问题突出,造成制备器件难度大、寿命短等严重问题,本发明提供了一种可涂布印刷的OLED长链光电材料及制备方法,该长链光电材料不仅可通过喷墨、打印、涂布制备器件,还可以提高器件的发光效率和寿命。可简化工艺、降低生产成本,同时提高器件的发光稳定性、效率和寿命,从而促进OLED的发展。

[0008] 本发明采用以下技术方案:

[0009] 一种可涂布印刷的OLED长链光电材料的制备方法,其特征在于将传输材料在胶体液辅助下研磨至均匀胶态,然后与发光材料在交联剂作用下直接连接组装,从而形成胶态长链的光电材料,实现传输材料与发光材料的高度匹配,具体方法如下:

[0010] (1)将聚丙烯酸乳液、三聚磷酸盐、有机胺、乙二胺四乙酸及烷基酚聚氧乙烯醚按一定比例混合并搅拌均匀,得到辅助胶体液;

[0011] 优选的,所述胶体液的原料配比按重量份计为聚丙烯酸乳液40~60份、三聚磷酸盐20~30份、有机胺10~15份、乙二胺四乙酸5~10份、烷基酚聚氧乙烯醚5~10份;

[0012] (2)将传输材料与步骤(1)所得胶体液按一定比例混合,加入研磨机中,缓慢增加研磨压力,并控制研磨温度,研磨结束时缓慢将研磨压力降低,得到均匀胶态混合物;

[0013] 优选的,所述传输材料为8-羟基喹啉铝类化合物、恶二唑类化合物、喹啉类化合物及含氮杂环化合物中的至少一种所组成;

[0014] 优选的,所述胶体液的使用量为传输材料质量的20~40%;

[0015] 优选的,所述的研磨过程中,稳定状态的研磨压力为80~120g/cm<sup>2</sup>,研磨时间为30~60min,研磨时物料温度不高于80℃;

[0016] (3)将步骤(2)所得胶态混合物与发光材料按一定比例混合,并加入一定质量分数的交联剂,升高温度使其发生聚合反应,得到胶态长链的组装材料;

[0017] 优选的,所述发光材料为N-芳香基苯并咪唑类、1,2,4-三唑衍生物、1,3,4-噁二唑的衍生物及双芪类物中的至少一种组成;

[0018] 优选的,所述交联剂为过氧化二异丙苯、过氧化苯甲酰、二叔丁基过氧化物及过氧化氢二异丙苯中的至少一种组成;

[0019] 优选的,所述传输材料与发光材料的配比按重量份计为传输材料40~60份、发光材料40~60份;

[0020] 优选的,所述交联剂的使用量为传输材料和发光材料质量之和的2~5%;

[0021] 优选的,所述的交联过程中,反应温度为120~160℃,反应时间为20~30min。

[0022] 一种可涂布印刷的OLED长链光电材料,其特征在于:由上述方法制备得到的OLED长链光电材料。通过将传输材料在胶体液辅助下研磨至均匀胶态,然后与发光材料在交联剂作用下直接连接组装,从而形成胶态长链的光电材料,使传输材料与发光材料高度匹配。该通过交联长链光电材料不仅可通过喷墨、打印、涂布制备器件,还可以提高器件的发光效率和寿命。可简化工艺、降低生产成本,同时提高器件的发光稳定性、效率和寿命,从而促进OLED的发展。

[0023] 一种可涂布印刷的OLED长链光电材料及制备方法,与现有技术相比,其突出的特点和优异的效果在于:

[0024] (1) 本技术方案创新性地提出了利用胶态化的传输材料与发光材料在交联剂作用下直接原位交联, 组装成胶态长链材料, 适合于涂布印刷。相比于传统的采用小分子主体材料掺杂磷光配合物的真空蒸镀法, 本发明的方法工艺过程得到明显简化, 大大降低了制作成本。

[0025] (2) 本技术方案使得传输材料与发光材料之间产生化学键合, 实现传输材料和发光材料的高度匹配, 提高发光效率。

[0026] (3) 本技术方案的制备简短、高效, 使OLED材料的使用变得更为方便和实用。

### 具体实施方式

[0027] 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。

#### [0028] 实施例1

[0029] (1) 将聚丙烯酸乳液、三聚磷酸盐、有机胺、乙二胺四乙酸及烷基酚聚氧乙烯醚按50:25:15:5:5的质量比例混合并搅拌均匀, 得到辅助胶体液;

[0030] (2) 将40kg 8-羟基喹啉铝类化合物与12kg胶体液混合, 加入研磨机中, 缓慢增加研磨压力至100g/cm<sup>2</sup>, 研磨30min后, 缓慢降低研磨压力至停止研磨, 得到传输材料的均匀胶态混合物。研磨过程中应控制研磨温度不超过80℃;

[0031] (3) 将上述混合物与60kg N-芳香基苯并咪唑类化合物混合, 加入2kg过氧化二异丙苯, 在120℃下反应30min, 所得交联长链聚合物即可用于喷墨、打印、涂布等工艺, 制得具有良好匹配性, 发光效率, 寿命较长的电致发光材料。

[0032] 将实施例1得到的胶态长链电致发光材料利用线性涂布机在基板上上进行涂布, 涂布处理过程基板可以连续高速移动, 在底上形成线状的发光层, 膜厚均匀, 实现了稳定的量产。

#### [0033] 实施例2

[0034] (1) 将聚丙烯酸乳液、三聚磷酸盐、有机胺、乙二胺四乙酸及烷基酚聚氧乙烯醚按50:20:15:10:5的质量比例混合并搅拌均匀, 得到辅助胶体液;

[0035] (2) 将50kg 恶二唑类化合物与15kg胶体液混合, 加入研磨机中, 缓慢增加研磨压力至110g/cm<sup>2</sup>, 研磨40min后, 缓慢降低研磨压力至停止研磨, 得到传输材料的均匀胶态混合物。研磨过程中应控制研磨温度不超过80℃;

[0036] (3) 将上述混合物与50kg 1,2,4-三唑衍生物混合, 加入3kg过氧化苯甲酰, 在160℃下反应25min, 所得交联长链聚合物即可用于喷墨、打印、涂布等工艺, 制得具有良好匹配性, 发光效率, 寿命较长的电致发光材料。

#### [0037] 实施例3

[0038] (1) 将聚丙烯酸乳液、三聚磷酸盐、有机胺、乙二胺四乙酸及烷基酚聚氧乙烯醚按45:30:10:10:5的质量比例混合并搅拌均匀, 得到辅助胶体液;

[0039] (2) 将60kg 喹啉类化合物与18kg胶体液混合, 加入研磨机中, 缓慢增加研磨压力至120g/cm<sup>2</sup>, 研磨50min后, 缓慢降低研磨压力至停止研磨, 得到传输材料的均匀胶态混合物。研磨过程中应控制研磨温度不超过80℃;

[0040] (3)将上述混合物与40kg1,3-4-噁二唑的衍生物混合,加入4kg二叔丁基过氧化物,在130℃下反应20min,所得交联长链聚合物即可用于喷墨、打印、涂布等工艺,制得具有良好匹配性,发光效率,寿命较长的电致发光材料。

[0041] 实施例4

[0042] (1)将聚丙烯酸乳液、三聚磷酸盐、有机胺、乙二胺四乙酸及烷基酚聚氧乙烯醚按45:30:15:5:5的质量比例混合并搅拌均匀,得到辅助胶体液;

[0043] (2)将55kg含氮杂环化合物与16kg胶体液混合,加入研磨机中,缓慢增加研磨压力至90g/cm<sup>2</sup>,研磨60min后,缓慢降低研磨压力至停止研磨,得到传输材料的均匀胶态混合物。研磨过程中应控制研磨温度不超过80℃;

[0044] (3)将上述混合物与45kgN-芳香基苯并咪唑类化合物混合,加入3kg过氧化氢二异丙苯,在125℃下反应28min,所得交联长链聚合物即可用于喷墨、打印、涂布等工艺,制得具有良好匹配性,发光效率,寿命较长的电致发光材料。

[0045] 实施例5

[0046] (1)将聚丙烯酸乳液、三聚磷酸盐、有机胺、乙二胺四乙酸及烷基酚聚氧乙烯醚按50:25:15:5:5的质量比例混合并搅拌均匀,得到辅助胶体液;

[0047] (2)将45kg喹喔啉类化合物与14kg胶体液混合,加入研磨机中,缓慢增加研磨压力至80g/cm<sup>2</sup>,研磨40min后,缓慢降低研磨压力至停止研磨,得到传输材料的均匀胶态混合物。研磨过程中应控制研磨温度不超过80℃;

[0048] (3)将上述混合物与50kg双芪类化合物混合,加入5kg过氧化氢二异丙苯,在140℃下反应22min,所得交联长链聚合物即可用于喷墨、打印、涂布等工艺,制得具有良好匹配性,发光效率,寿命较长的电致发光材料。

[0049] 将实施例5得到的胶态长链电致发光材料通过喷嘴印刷法形成发光层,不但效率高,而且成膜均一,厚度控制在5-10纳米。

[0050] 进一步我们通过激光转印和旋涂的方法制备了透明的OLED器件,尽管受到材料、界面、封装的不确定影响,但得到的OLED器件稳定性提升明显,使用寿命较非交联材料提高30%以上。

专利名称(译)	一种可涂布印刷的OLED长链光电材料及制备方法		
公开(公告)号	<a href="#">CN106784404B</a>	公开(公告)日	2018-03-23
申请号	CN201611202679.8	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		
发明人	赵圣铭		
IPC分类号	H01L51/56 H01L51/54		
CPC分类号	H01L51/0034 H01L51/56		
代理人(译)	王新爱		
审查员(译)	苏治平		
其他公开文献	CN106784404A		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a> <a href="#">SIPO</a>		

#### 摘要(译)

本发明提供了一种可涂布印刷的OLED长链光电材料及制备方法。通过将传输材料在胶体液辅助下研磨至均匀胶态，然后与发光材料在交联剂作用下直接连接组装，从而形成胶态长链的光电材料，实现传输材料与发光材料的高度匹配。该方法使得OLED的制备工艺过程大幅简化，推进了OLED的应用进程。该长链光电材料不仅可通过喷墨、打印、涂布制备器件，还可以提高器件的发光效率和寿命。