



## (12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110205117 A

(43)申请公布日 2019.09.06

(21)申请号 201910503049.1

H01L 51/54(2006.01)

(22)申请日 2019.06.11

(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 白科研

(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)

C07F 9/6568(2006.01)

H01L 51/50(2006.01)

权利要求书3页 说明书17页 附图1页

### (54)发明名称

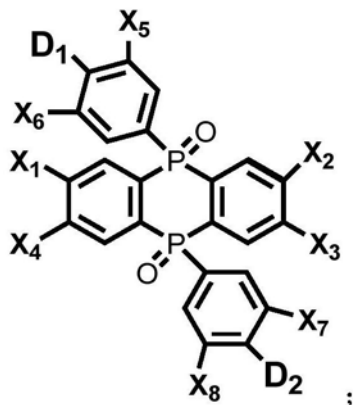
苯基磷氧热活化延迟荧光材料及其合成方法、电致发光器件

### (57)摘要

本发明提供一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料及其合成方法、电致发光器件,所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料为:电子给体和电子受体反应合成的目标化合物,所述目标化合物为D-A分子结构;其中,所述电子受体中具有苯基磷氧结构。所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料的合成方法包括:反应液配制步骤;目标化合物合成步骤;浓缩步骤;目标化合物纯化处理步骤。所述电致发光器件包括所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料。本发明通过将苯基磷氧结构的两个苯基通过第二个磷氧固定,形成双磷氧的刚性受体结构,从而解决苯基容易旋转、产生共振弛豫,导致光谱变宽、效率降低等问题。

1. 一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料, 其特征在于, 其为由电子给体和电子受体反应合成的目标化合物, 所述目标化合物为D-A分子结构; 其中所述分子结构中D为电子给体, A为电子受体, 所述电子受体中具有苯基磷氧结构。

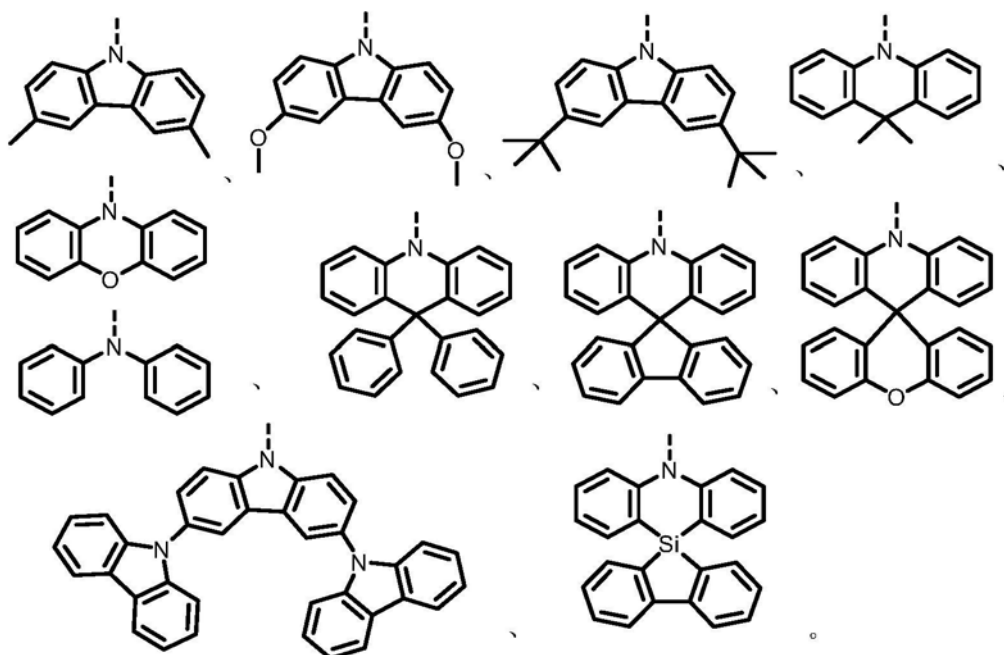
2. 如权利要求1所述的苯基磷氧热活化延迟荧光材料, 其特征在于, 所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料的分子结构通式为



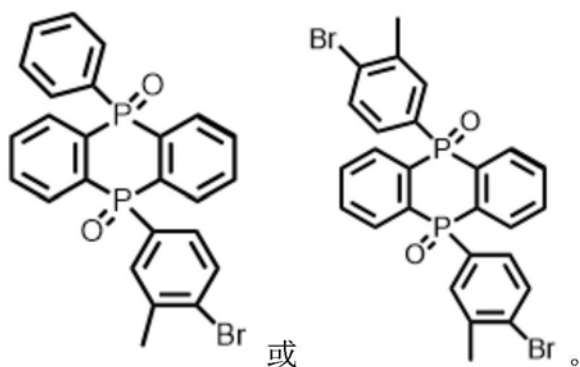
其中, X1、X2、X3和X4的化学结构式包括C1~C22的烷基、C1~C22的烷氧基或C1~C22的杂烷基中的任一种, 所述杂烷基的杂原子为O、N、F、S或Si;

X5、X6、X7和X8的化学结构式包括甲基、乙基、氰基或氟的任一种;

D1、D2包括如下化学结构式中的任一种或D1、D2之一为氢:

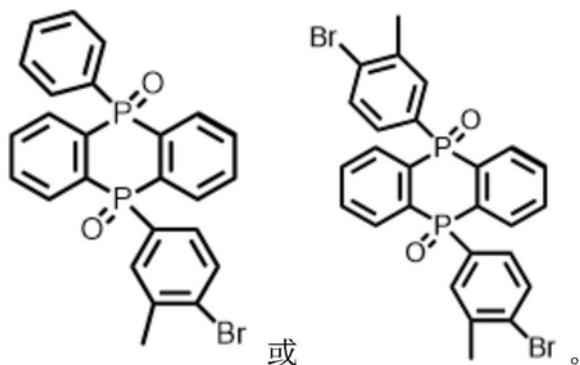


3. 如权利要求1所述的苯基磷氧热活化延迟荧光材料, 其特征在于, 所述电子受体的化学结构式为

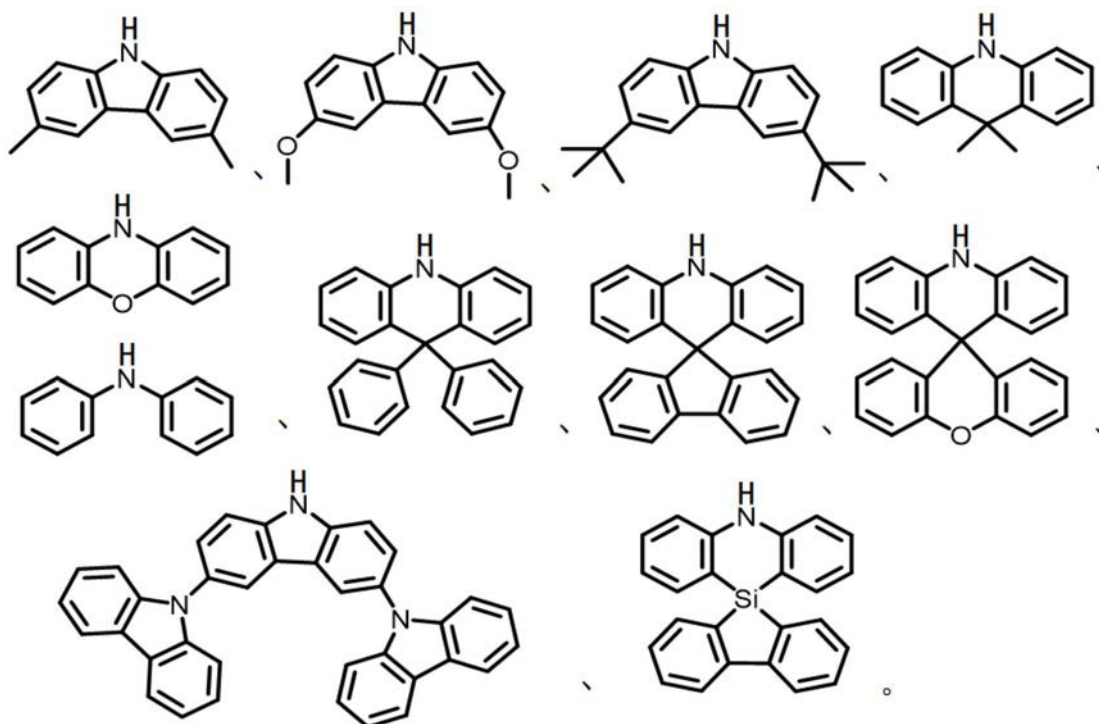


4. 一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料的合成方法,其特征在于,包括以下步骤:  
 反应液配制步骤,将电子给体、电子受体以及催化剂置于反应容器中,获得反应液;  
 目标化合物合成步骤,在温度为80℃-150℃的条件下充分反应,获得混合溶液,所述混合溶液中具有反应生成的目标化合物;  
 浓缩步骤,将所述混合溶液冷却至室温,将所述混合溶液浓缩;  
 目标化合物纯化处理步骤,分离纯化所述目标化合物,获得苯基磷氧热活化延迟荧光材料。

5. 如权利要求4所述的苯基磷氧热活化延迟荧光材料的合成方法,其特征在于,所述电子受体的化学结构式包括



6. 如权利要求4所述的苯基磷氧热活化延迟荧光材料的合成方法,其特征在于,所述电子给体的化学结构式包括如下化学结构式中的任一种:



7. 如权利要求4所述的苯基磷氧热活化延迟荧光材料的合成方法,其特征在于,在所述反应液配制步骤中,所述电子受体与所述电子给体的摩尔比为(1:1)–(1:3)。

8. 如权利要求4所述的苯基磷氧热活化延迟荧光材料的合成方法,其特征在于,所述催化剂包括叔丁醇钠、三(二亚苄基丙酮)二钯和四氟硼酸三叔丁基膦。

9. 一种电致发光器件,其特征在于,包括如权利要求1所述的苯基磷氧热活化延迟荧光材料。

10. 根据权利要求9所述的电致发光二极管,其特征在于,包括发光层,所述发光层所用材料为所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料。

## 苯基磷氧热活化延迟荧光材料及其合成方法、电致发光器件

### 技术领域

[0001] 本发明涉及显示领域,特别涉及一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料及其合成方法、电致发光器件。

### 背景技术

[0002] 有机电致发光二极管(organic light-emitting diodes, OLEDs)因其在显示和照明中的潜在优势受到学术界和工业界广泛的关注。为了获得高的外量子效率,大量包含重金属Pt、Ir的磷光材料被开发出来,这些磷光器件的内量子效率可以到达100%。而作为磷光材料的替代材料,热活化延迟荧光材料(TADF)表现出强大的竞争力。TADF材料中,其单三重态的能级差( $\Delta E_{ST}$ )非常小,三重态激子到单重态激子的反隙间穿越速率远远高于三重态激子的非辐射跃迁速率,故而也可以获得100%的内量子效率。

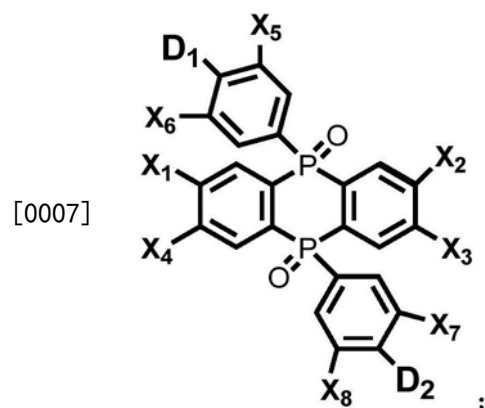
[0003] 热活化延迟荧光材料中的反隙间穿越速率遵循Boltzmann公式 $k \propto \exp(-\Delta E_{ST}/k_B T)$ ,因此如何为了获得小的 $\Delta E_{ST}$ 是设计热活化延迟荧光材料首先考虑因素。在TADF的D- $\pi$ -A结构中, $\pi$ 为芳香共轭结构,利用不同的D(给体)与不同的A(受体)相互组合及D与A之间的扭转角的变化来控制 $\Delta E_{ST}$ 的大小,成功设计出了较高效率的TADF材料。其中,最为常用的受体材料为苯基硼、苯基砷和苯基磷氧结构。然而这种材料的苯基为单键连接,容易旋转,产生共振弛豫,导致光谱变宽、效率降低,限制了它们实际的应用。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的在于,提供一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料及其合成方法、一种电致发光器件,用以解决现有技术中热激活延迟荧光材料体系中,苯基容易旋转,从而产生共振弛豫,导致光谱变宽、效率降低等技术问题。

[0005] 为实现上述目的,本发明提供一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料,其为由电子给体和电子受体反应合成的目标化合物,所述目标化合物为D-A分子结构;其中所述分子结构中D为电子给体,A为电子受体,所述电子受体中具有苯基磷氧结构。

[0006] 进一步地,所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料的分子结构通式为

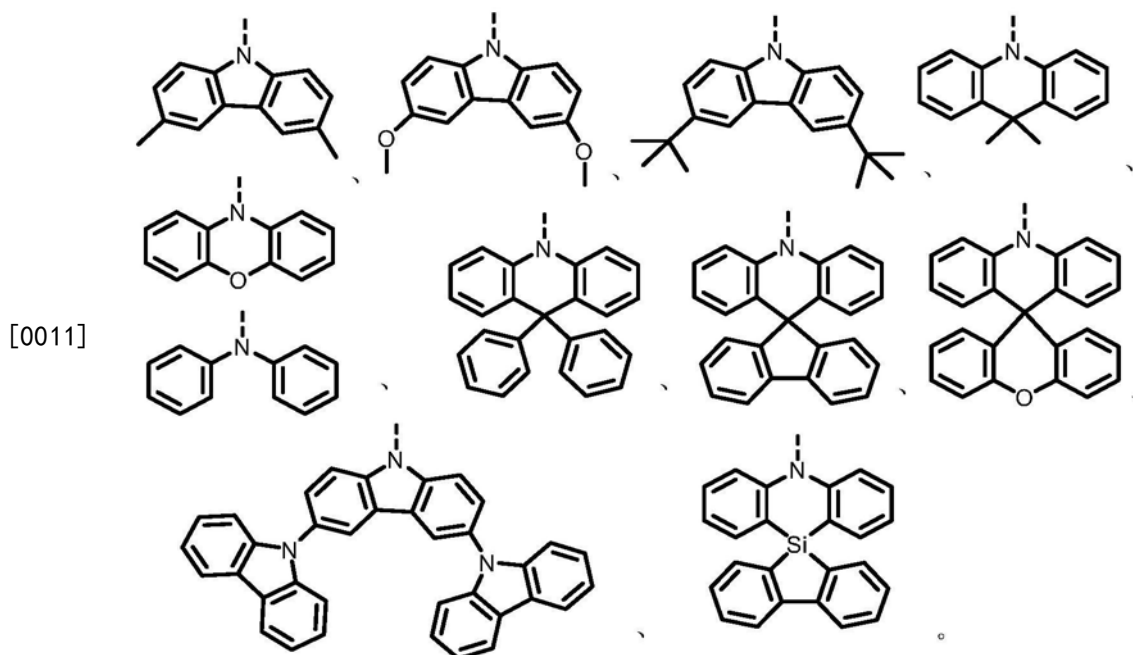


[0008] 其中,X1、X2、X3和X4的化学结构式包括C1~C22的烷基、C1~C22的烷氧基或C1~

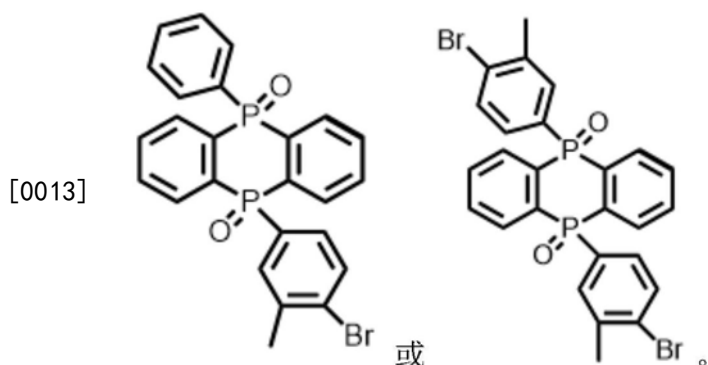
C22的杂烷基中的任一种,所述杂烷基的杂原子为O、N、F、S或Si;

[0009] X5、X6、X7和X8的化学结构式包括甲基、乙基、氰基或氟的任一种;

[0010] D1、D2包括如下化学结构式中的任一种或D1、D2之一为氢:



[0012] 进一步地,所述电子受体的化学结构式为



[0014] 本发明还提供一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料的合成方法,其特征在于,包括以下步骤:

[0015] 反应液配制步骤,将电子给体、电子受体以及催化剂置于反应容器中,获得反应液;

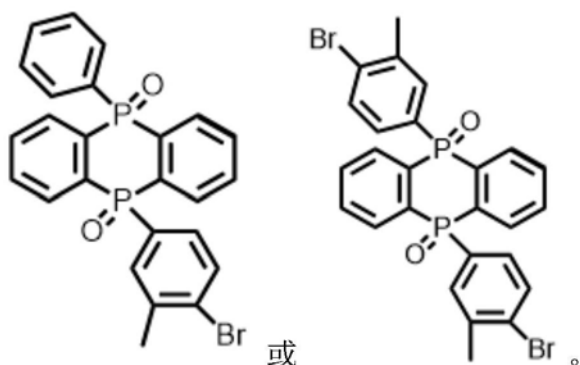
[0016] 目标化合物合成步骤,在温度为80℃-150℃的条件下充分反应,获得混合溶液,所述混合溶液中具有反应生成的目标化合物;

[0017] 浓缩步骤,将所述混合溶液冷却至室温,将所述混合溶液浓缩;

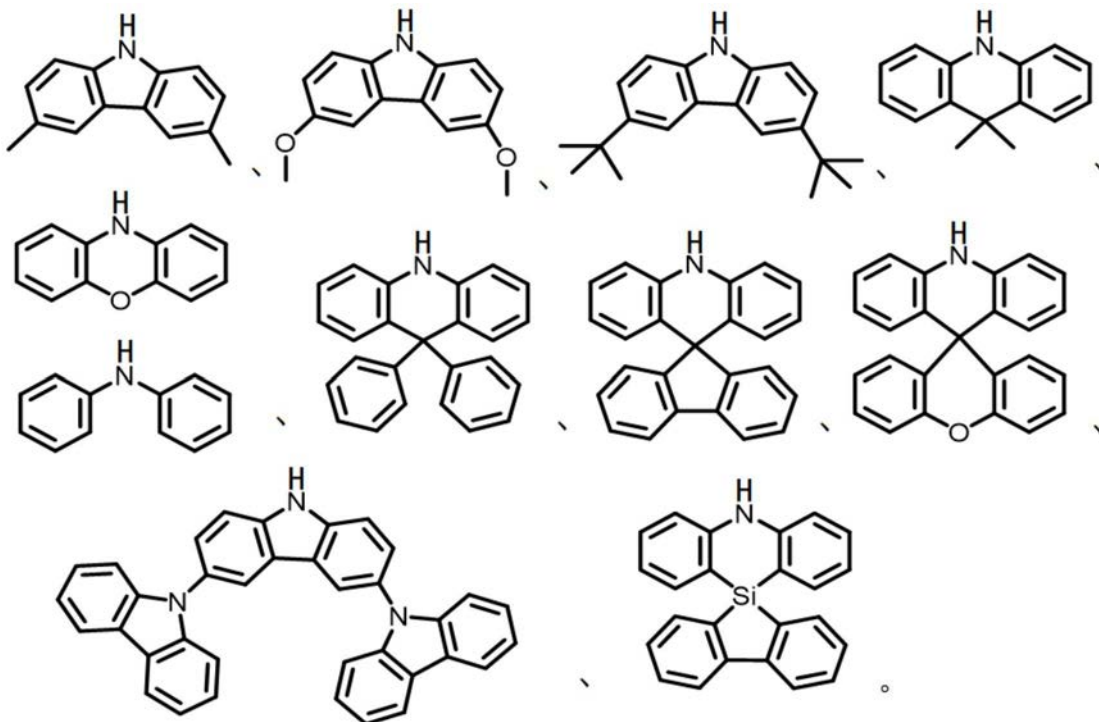
[0018] 目标化合物纯化处理步骤,分离纯化所述目标化合物,获得苯基磷氧热活化延迟荧光材料。

[0019] 进一步地,所述电子受体的化学结构式包括

[0020]



[0021] 进一步地,所述电子给体的化学结构式包括如下化学结构式中的任一种:



[0022]

[0023] 进一步地,在所述反应液配制步骤中,所述电子受体与所述电子给体的摩尔比为(1:1)-(1:3)。

[0024] 进一步地,所述催化剂包括叔丁醇钠、三(二亚苄基丙酮)二钯和四氟硼酸三叔丁基膦。

[0025] 本发明还提供一种电致发光器件,包括以上所述的苯基磷氧热活化延迟荧光材料。

[0026] 进一步地,所述电致发光二极管包括发光层,所述发光层所用材料为所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料。

[0027] 本发明的技术效果在于,本发明的苯基磷氧热活化延迟荧光材料的合成方法,通过将苯基磷氧结构的两个苯基通过第二个磷氧固定,形成双磷氧的刚性受体结构,从而解决现有技术中苯基容易旋转、产生共振弛豫,导致光谱变宽、效率降低等技术问题。且两个磷氧受体能够平衡热活化延迟荧光材料分子的载流子传输性质,从而提高器件效率,进而改进了有机电致发光器件,使得具有该苯基磷氧热活化延迟荧光材料的有机电致发光器件其具有较高的发光效率和亮度。

## 附图说明

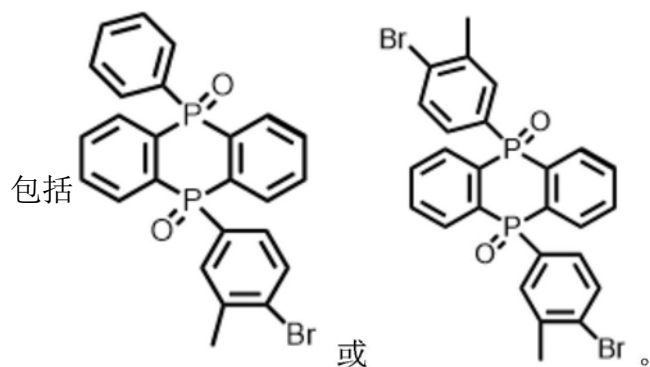
[0028] 图1为本发明实施例所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料的合成方法的流程图。

## 具体实施方式

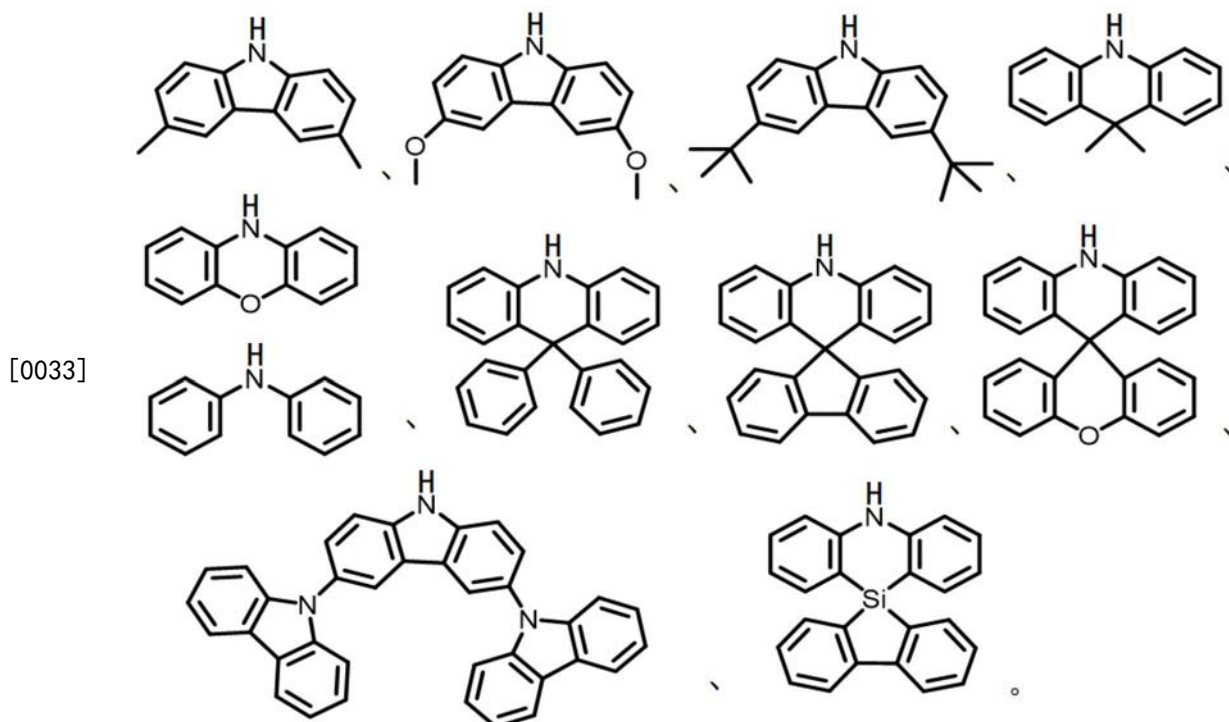
[0029] 下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述。显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域技术人员在没有作出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0030] 本发明提供一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料,其为电子给体和电子受体反应合成的目标化合物,所述目标化合物为D-A分子结构中,D为电子给体,A为电子受体。其中,其中所述分子结构中D为电子给体,A为电子受体,所述电子受体中具有苯基磷氧结构。所述苯基磷氧结构的两个苯基通过两个磷氧固定,形成双磷氧的刚性受体结构。

[0031] 在所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料的合成方法中,所述电子受体的化学结构式

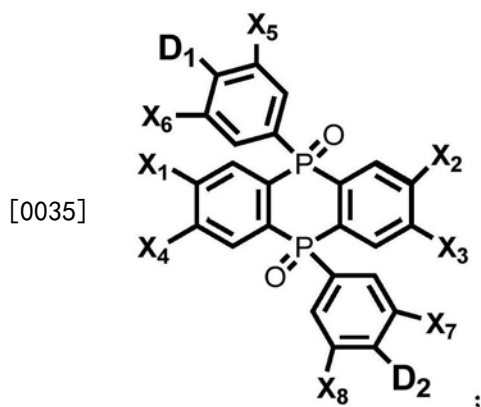


[0032] 所述电子给体的化学结构式包括如下化学结构式中的任一种:



[0034] 所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料的分子结构通式为

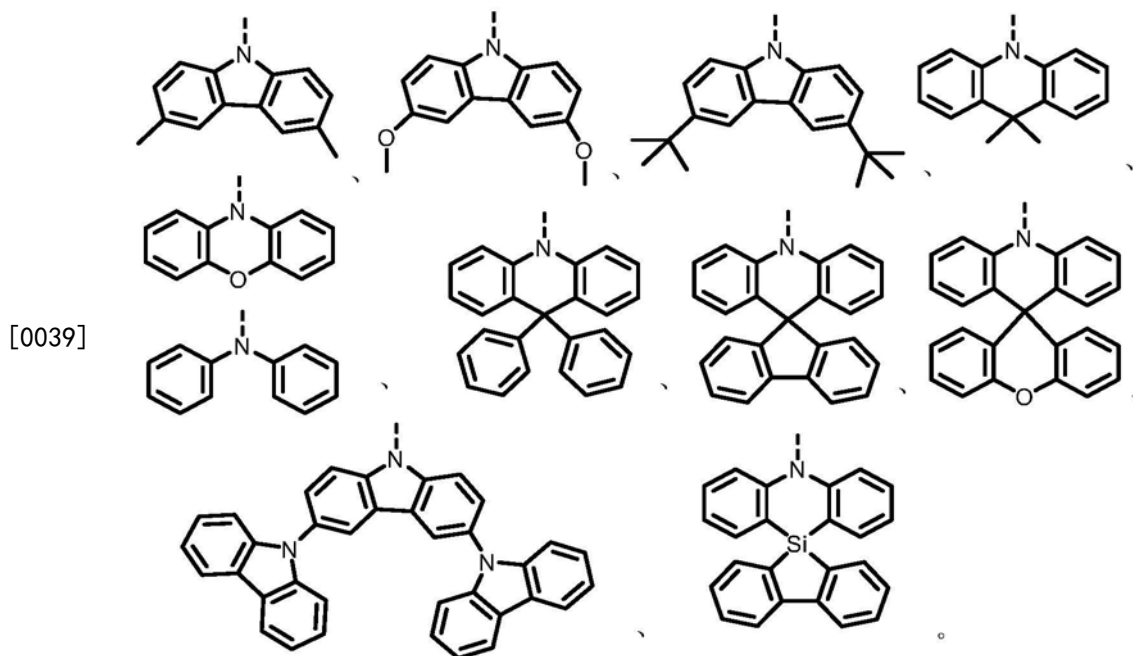




[0036] 其中, X1、X2、X3和X4的化学结构式包括C1~C22的烷基、C1~C22的烷氧基或C1~C22的杂烷基中的任一种, 所述杂烷基的杂原子为O、N、F、S或Si;

[0037] X5、X6、X7和X8的化学结构式包括甲基、乙基、氰基或氟的任一种;

[0038] D1、D2包括如下化学结构式中的任一种或D1、D2之一为氢:

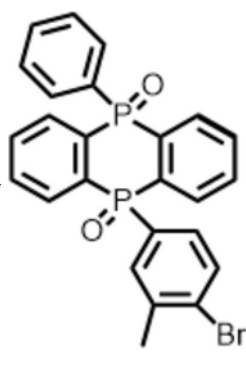


[0040] 在所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料的合成方法中, 使用的催化剂均包括叔丁醇钠t-BuONa、三(二亚苄基丙酮)二钯Pd<sub>2</sub>(dba)<sub>3</sub>和四氟硼酸三叔丁基膦P(t-Bu)<sub>3</sub>/HBF<sub>4</sub>。其中, Pd<sub>2</sub>(dba)<sub>3</sub>的摩尔百分为0.1%-10%, P(t-Bu)<sub>3</sub>/HBF<sub>4</sub>的摩尔百分为1%-20%; 优选所述t-BuONa、Pd<sub>2</sub>(dba)<sub>3</sub>、P(t-Bu)<sub>3</sub>/HBF<sub>4</sub>的摩尔比为100:1:5。

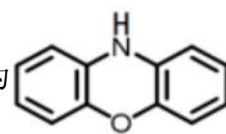
[0041] 实施例1

[0042] 本实施例提供一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料, 其为电子给体和电子受体反应合成的目标化合物, 所述目标化合物为D-A分子结构中, D为电子给体, A为电子受体。其中, 其中所述分子结构中D为电子给体, A为电子受体, 所述电子受体中具有苯基磷氧结构。所述苯基磷氧结构的两个苯基通过两个磷氧固定, 形成双磷氧的刚性受体结构。在本实施例中,

所述电子受体的分子结构式为



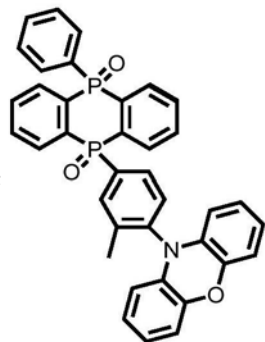
所述电子给体为



所述

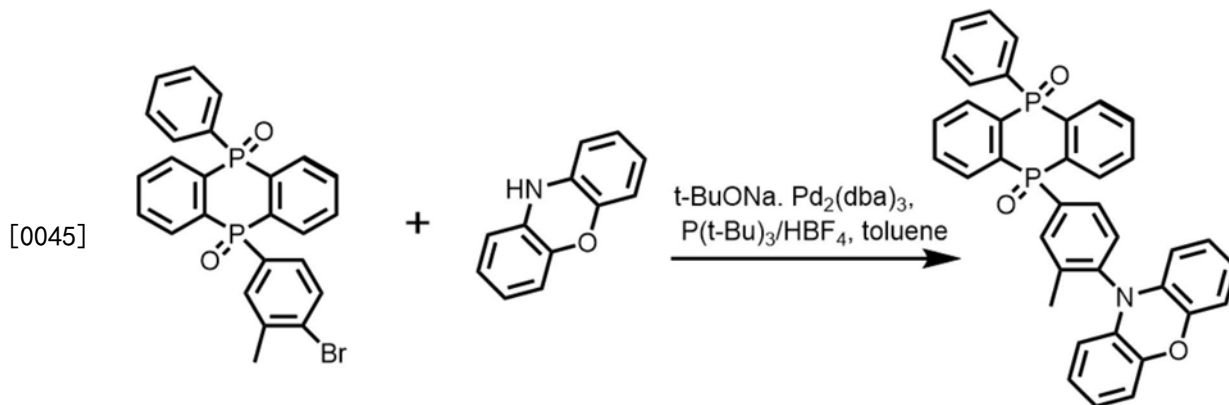
电子受体与所述电子给体经一系列化学反应后合成第一目标化合物,所述第一目标化合物

的分子结构为:



[0043] 本实施例通过将苯基磷氧结构的两个苯基通过第二个磷氧固定,形成双磷氧的刚性受体结构,从而解决现有技术中苯基容易旋转、产生共振弛豫,导致光谱变宽、效率降低等技术问题;且两个磷氧受体能够平衡热活化延迟荧光材料分子的载流子传输性质,使得所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料具有较高的发光效率和亮度。

[0044] 如图1所示,为了更加详细地解释本发明的苯基磷氧热活化延迟荧光材料,本实施例还提供一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料的合成方法,其反应式大体如式(1)所示:



式(1)

[0046] 式(1)中,所述电子受体与所述电子给体的摩尔比为(1:1)-(1:3)。

[0047] 下面结合式(1)详细解释本实施例的合成方法,其包括如下步骤:

[0048] 反应液配制步骤:将所述电子受体(2mmol, 0.98g);所述电子给体(2.2mmol, 0.4g)以及催化剂t-BuONa(4mmol, 0.38g), Pd<sub>2</sub>(dba)<sub>3</sub>(0.04mmol, 36mg), P(t-Bu)<sub>3</sub>/HBF<sub>4</sub>(0.2mmol, 58mg)置于50mL的两口瓶中,获得反应液。

[0049] 目标化合物纯化处理步骤,分离纯化所述目标化合物,获得苯基磷氧热活化延迟

荧光材料。

[0050] 目标化合物合成步骤:提供所述反应液的反应条件,往所述手套箱中加入20mL除水除氧的甲苯,在温度为80℃-150℃的条件下充分反应,获得混合溶液,所述混合溶液中具有反应生成的第一目标化合物。

[0051] 浓缩步骤:将所述混合溶液冷却至室温,将所述混合溶液浓缩。

[0052] 目标化合物纯化处理步骤:通过柱层析分离纯化方法分离纯化所述第一目标化合物,获得白色粉末10.83g,产率为70%。

[0053] 下面通过质谱仪等检测仪器对获取的所述第一目标化合物进行参数分析,分析结果包括质谱结果。

[0054] 质谱结果为:

[0055] 计算值 $m/z$ ,595.57;实测值 $m/z$ ,581.03。

[0056] 元素分析的结果为:

[0057] 计算值:C,74.62;H,4.57;N,2.35;P,10.40;

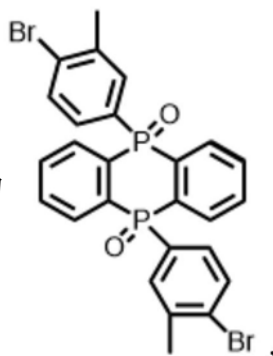
[0058] 实测值:C,74.13;H,4.27;N,2.83;P,10.51。

[0059] 本实施例还提供一种电致发光器件,包括以上所述的苯基磷氧热活化延迟荧光材料,其中所述电致发光二极管包括发光层,所述发光层所用材料为所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料所述电致发光二极管包括发光层,所述发光层所用材料为所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料。本发明通过将苯基磷氧结构的两个苯基通过第二个磷氧固定,形成双磷氧的刚性受体结构,从而解决现有技术中苯基容易旋转、产生共振弛豫,导致光谱变宽、效率降低等技术问题;且两个磷氧受体能够平衡热活化延迟荧光材料分子的载流子传输性质,从而提高器件效率,进而改进了有机电致发光器件,使得具有该苯基磷氧热活化延迟荧光材料的有机电致发光器件其具有较高的发光效率和亮度。

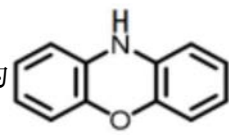
[0060] 实施例2

[0061] 本实施例提供一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料,其为电子给体和电子受体反应合成的目标化合物,所述目标化合物为D-A分子结构中,D为电子给体,A为电子受体。其中,其中所述分子结构中D为电子给体,A为电子受体,所述电子受体包括苯基磷氧结构,所述苯基磷氧结构的两个苯基通过两个磷氧固定,形成双磷氧的刚性受体结构。在本实施例中,所

述电子受体的分子结构式为



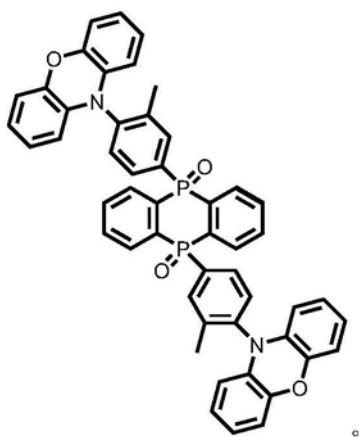
所述电子给体为



所述电

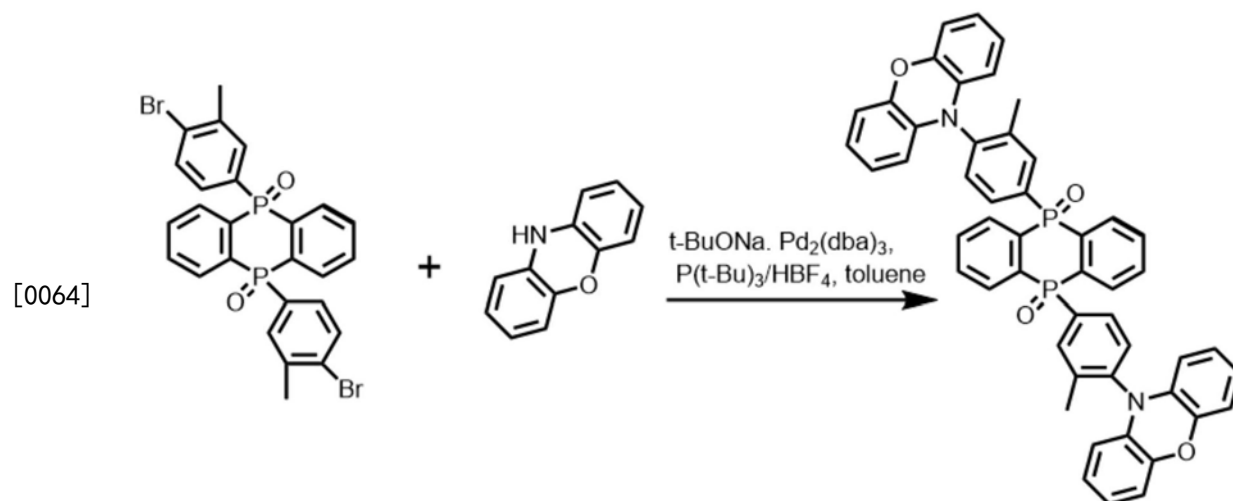
子受体与所述电子给体经一系列化学反应后合成第一目标化合物,所述第一目标化合物的

分子结构为：



[0062] 本实施例通过将苯基磷氧结构的两个苯基通过第二个磷氧固定,形成双磷氧的刚性受体结构,从而解决现有技术中苯基容易旋转、产生共振弛豫,导致光谱变宽、效率降低等技术问题;且两个磷氧受体能够平衡热活化延迟荧光材料分子的载流子传输性质,使得所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料具有较高的发光效率和亮度。

[0063] 如图1所示,为了更加详细地解释本发明的苯基磷氧热活化延迟荧光材料,本实施例还提供一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料的合成方法,其反应式大体如式(2)所示:



式(2)

[0065] 式(2)中,所述电子受体与所述电子给体的摩尔比为(1:1)-(1:3)。

[0066] 下面结合式(2)详细解释本实施例的合成方法,其包括如下步骤:

[0067] 反应液配制步骤:将所述电子受体(2mmol, 1.17g);所述电子给体(4.4mmol, 0.8g)以及催化剂t-BuONa(8mmol, 0.76g), Pd<sub>2</sub>(dba)<sub>3</sub>(0.08mmol, 72mg), P(t-Bu)<sub>3</sub>/HBF<sub>4</sub>(0.4mmol, 106mg)置于50mL的两口瓶中获得反应液。

[0068] 目标化合物纯化处理步骤,分离纯化所述目标化合物,获得苯基磷氧热活化延迟荧光材料。

[0069] 目标化合物合成步骤:提供所述反应液的反应条件,往所述手套箱中加入30mL除水除氧的甲苯,在温度为80℃-150℃的条件下充分反应,获得混合溶液,所述混合溶液中具有反应生成的第一目标化合物。

[0070] 浓缩步骤:将所述混合溶液冷却至室温,将所述混合溶液浓缩。

[0071] 目标化合物纯化处理步骤:通过柱层析分离纯化方法分离纯化所述第一目标化合物,获得白色粉末20.96g,产率为61%。

[0072] 下面通过质谱仪等检测仪器对获取的所述第一目标化合物进行参数分析,分析结果包括质谱结果。

[0073] 质谱结果为:

[0074] 计算值 $m/z$ ,790.80;实测值 $m/z$ ,791.23。

[0075] 元素分析的结果为:

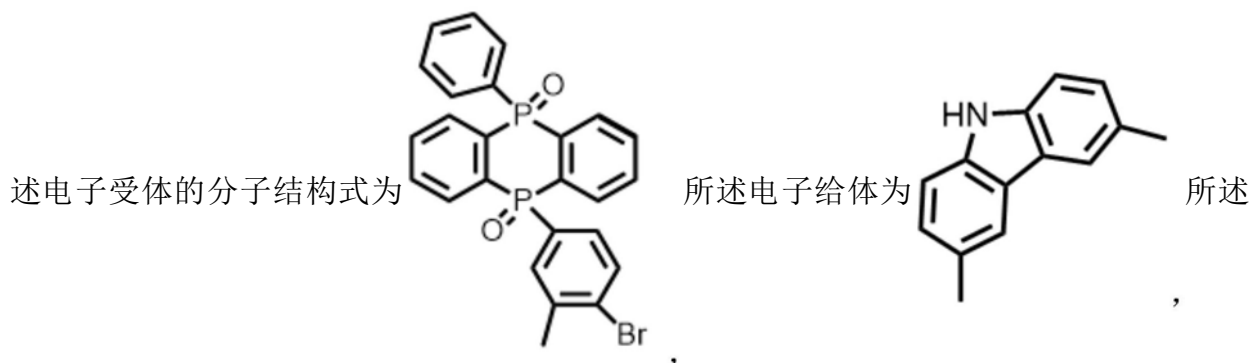
[0076] 计算值:C,75.94;H,4.59;N,3.54;P,7.83;

[0077] 实测值:C,75.24;H,4.63;N,3.67;P,7.59。

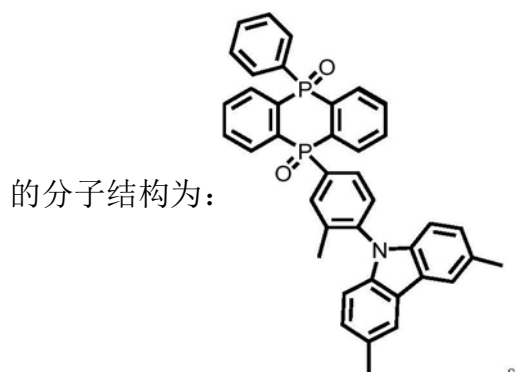
[0078] 本实施例还提供一种电致发光器件,包括以上所述的苯基磷氧热活化延迟荧光材料,其中所述电致发光二极管包括发光层,所述发光层所用材料为所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料所述电致发光二极管包括发光层,所述发光层所用材料为所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料。本发明通过将苯基磷氧结构的两个苯基通过第二个磷氧固定,形成双磷氧的刚性受体结构,从而解决现有技术中苯基容易旋转、产生共振弛豫,导致光谱变宽、效率降低等技术问题;且两个磷氧受体能够平衡热活化延迟荧光材料分子的载流子传输性质,从而提高器件效率,进而改进了有机电致发光器件,使得具有该苯基磷氧热活化延迟荧光材料的有机电致发光器件其具有较高的发光效率和亮度。

[0079] 实施例3

[0080] 本实施例提供一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料,其为电子给体和电子受体反应合成的目标化合物,所述目标化合物为D-A分子结构中,D为电子给体,A为电子受体。其中,其中所述分子结构中D为电子给体,A为电子受体,所述电子受体包括苯基磷氧结构,所述苯基磷氧结构的两个苯基通过两个磷氧固定,形成双磷氧的刚性受体结构。在本实施例中,所



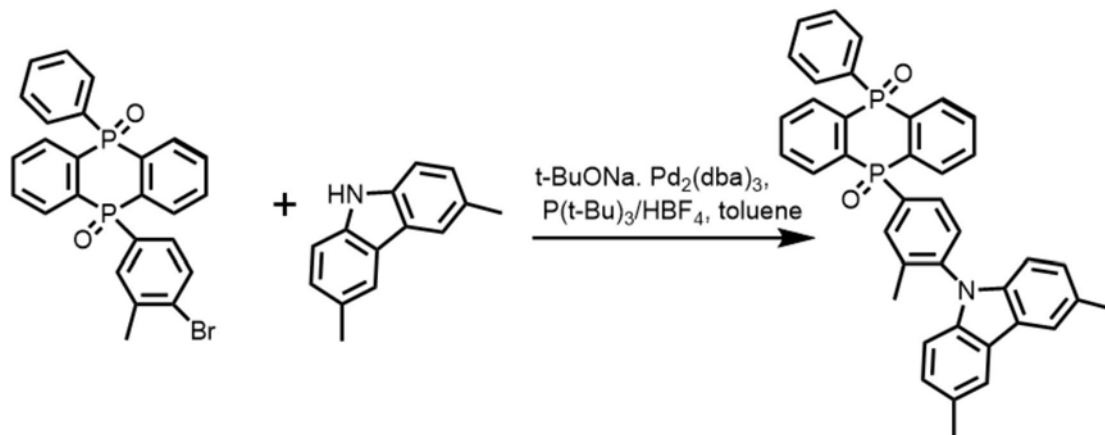
电子受体与所述电子给体经一系列化学反应后合成第一目标化合物,所述第一目标化合物



[0081] 本实施例通过将苯基磷氧结构的两个苯基通过第二个磷氧固定,形成双磷氧的刚性受体结构,从而解决现有技术中苯基容易旋转、产生共振弛豫,导致光谱变宽、效率降低等技术问题;且两个磷氧受体能够平衡热活化延迟荧光材料分子的载流子传输性质,使得所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料具有较高的发光效率和亮度。

[0082] 如图1所示,为了更加详细地解释本发明的苯基磷氧热活化延迟荧光材料,本实施例还提供一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料的合成方法,其反应式大体如式(3)所示:

[0083]



式(3)

[0084] 式(3)中,所述电子受体与所述电子给体的摩尔比为(1:1)-(1:3)。

[0085] 下面结合式(3)详细解释本实施例的合成方法,其包括如下步骤:

[0086] 反应液配制步骤:将所述电子受体(2mmol, 0.98g);所述电子给体(2.2mmol, 0.43g)以及催化剂t-BuONa(4mmol, 0.38g), Pd<sub>2</sub>(dba)<sub>3</sub>(0.04mmol, 36mg), P(t-Bu)<sub>3</sub>/HBF<sub>4</sub>(0.2mmol, 58mg)置于50mL的两口瓶中,获得反应液。

[0087] 目标化合物纯化处理步骤,分离纯化所述目标化合物,获得苯基磷氧热活化延迟荧光材料。

[0088] 目标化合物合成步骤:提供所述反应液的反应条件,往所述手套箱中加入20mL除水除氧的甲苯,在温度为80℃-150℃的条件下充分反应,获得混合溶液,所述混合溶液中具有反应生成的第一目标化合物。

[0089] 浓缩步骤:将所述混合溶液冷却至室温,将所述混合溶液浓缩。

[0090] 目标化合物纯化处理步骤:通过柱层析分离纯化方法分离纯化所述第一目标化合物,获得白色粉末30.91g,产率为75%。

[0091] 下面通过质谱仪等检测仪器对获取的所述第一目标化合物进行参数分析,分析结果包括质谱结果。

[0092] 质谱结果为:

[0093] 计算值m/z, 607.03;实测值m/z, 606.59。

[0094] 元素分析的结果为:

[0095] 计算值:C, 77.09;H, 5.14;N, 2.31;P, 10.19;

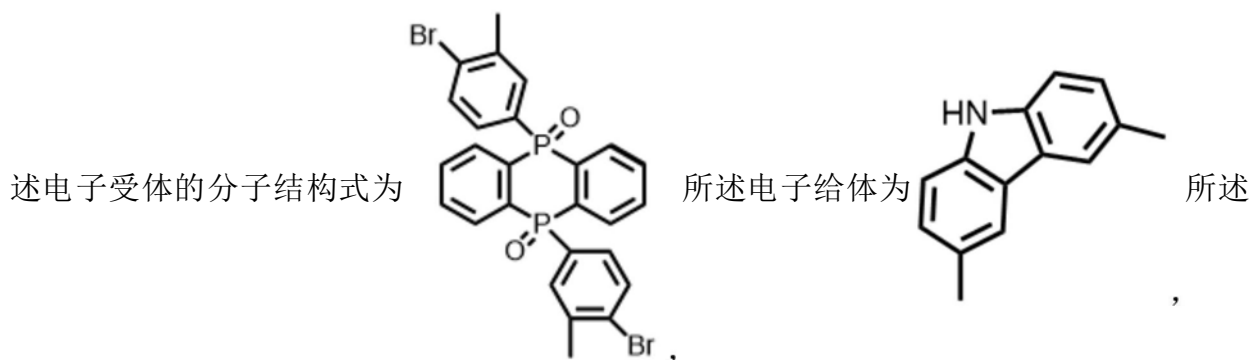
[0096] 实测值:C, 77.23;H, 5.04;N, 2.46;P, 10.10。

[0097] 本实施例还提供一种电致发光器件,包括以上所述的苯基磷氧热活化延迟荧光材

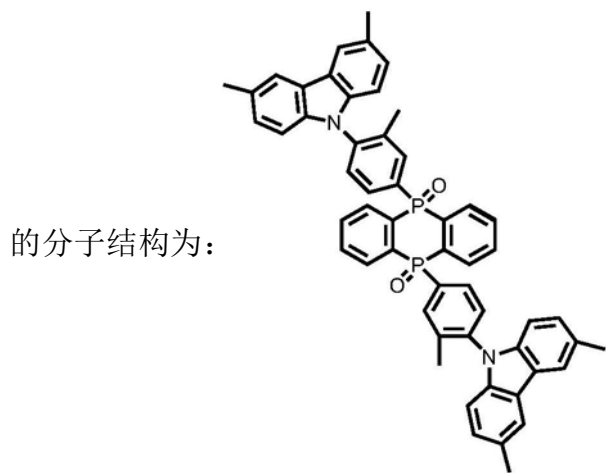
料,其中所述电致发光二极管包括发光层,所述发光层所用材料为所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料所述电致发光二极管包括发光层,所述发光层所用材料为所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料。本发明通过将苯基磷氧结构的两个苯基通过第二个磷氧固定,形成双磷氧的刚性受体结构,从而解决现有技术中苯基容易旋转、产生共振弛豫,导致光谱变宽、效率降低等技术问题;且两个磷氧受体能够平衡热活化延迟荧光材料分子的载流子传输性质,从而提高器件效率,进而改进了有机电致发光器件,使得具有该苯基磷氧热活化延迟荧光材料的有机电致发光器件其具有较高的发光效率和亮度。

#### [0098] 实施例4

[0099] 本实施例提供一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料,其为电子给体和电子受体反应合成的目标化合物,所述目标化合物为D-A分子结构中,D为电子给体,A为电子受体。其中,其中所述分子结构中D为电子给体,A为电子受体,所述电子受体包括苯基磷氧结构,所述苯基磷氧结构的两个苯基通过两个磷氧固定,形成双磷氧的刚性受体结构。在本实施例中,所

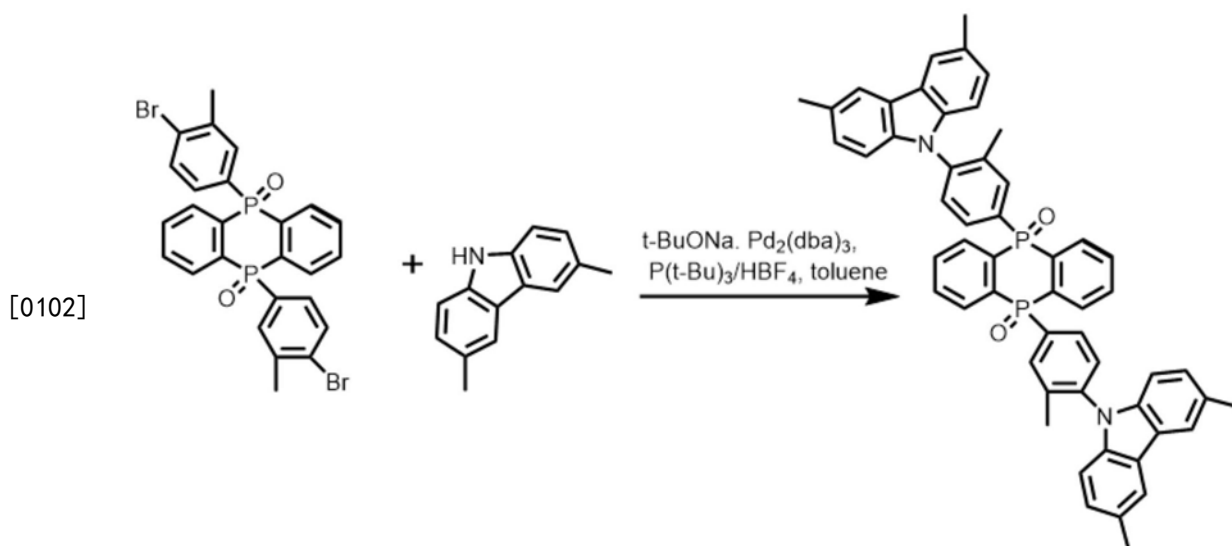


电子受体与所述电子给体经一系列化学反应后合成第一目标化合物,所述第一目标化合物



[0100] 本实施例通过将苯基磷氧结构的两个苯基通过第二个磷氧固定,形成双磷氧的刚性受体结构,从而解决现有技术中苯基容易旋转、产生共振弛豫,导致光谱变宽、效率降低等技术问题;且两个磷氧受体能够平衡热活化延迟荧光材料分子的载流子传输性质,使得所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料具有较高的发光效率和亮度。

[0101] 如图1所示,为了更加详细地解释本发明的苯基磷氧热活化延迟荧光材料,本实施例还提供一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料的合成方法,其反应式大体如式(4)所示:



式(4)

[0103] 式(4)中,所述电子受体与所述电子给体的摩尔比为(1:1)–(1:3)。

[0104] 下面结合式(4)详细解释本实施例的合成方法,其包括如下步骤:

[0105] 反应液配制步骤:将所述电子受体(2mmol, 1.17g);所述电子给体(4.4mmol, 0.86g)以及催化剂 $t\text{-BuONa}$ (8mmol, 0.76g),  $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (0.08mmol, 72mg),  $\text{P}(\text{t-Bu})_3/\text{HBF}_4$ (0.4mmol, 106mg)置于50mL的两口瓶中获得反应液。

[0106] 目标化合物纯化处理步骤,分离纯化所述目标化合物,获得苯基磷氧热活化延迟荧光材料。

[0107] 目标化合物合成步骤:提供所述反应液的反应条件,往所述手套箱中加入30mL除水除氧的甲苯,在温度为 $80^\circ\text{C}$ – $150^\circ\text{C}$ 的条件下充分反应,获得混合溶液,所述混合溶液中具有反应生成的第一目标化合物。

[0108] 浓缩步骤:将所述混合溶液冷却至室温,将所述混合溶液浓缩。

[0109] 目标化合物纯化处理步骤:通过柱层析分离纯化方法分离纯化所述第一目标化合物,获得白色粉末30.91g,产率为75%。

[0110] 下面通过质谱仪等检测仪器对获取的所述第一目标化合物进行参数分析,分析结果包括质谱结果。

[0111] 质谱结果为:

[0112] 计算值 $m/z$ , 607.03;实测值 $m/z$ , 606.59。

[0113] 元素分析的结果为:

[0114] 计算值:C, 77.09;H, 5.14;N, 2.31;P, 10.19;

[0115] 实测值:C, 77.23;H, 5.04;N, 2.46;P, 10.10。

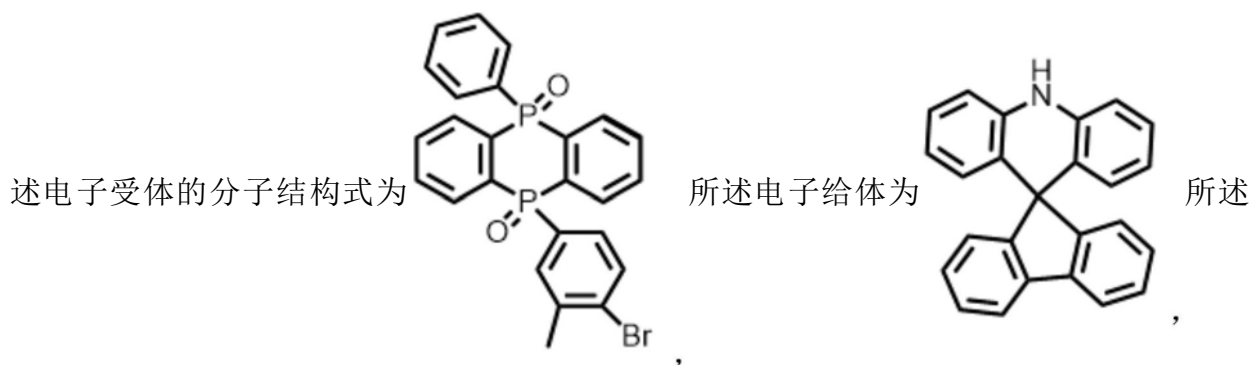
[0116] 本实施例还提供一种电致发光器件,包括以上所述的苯基磷氧热活化延迟荧光材料,其中所述电致发光二极管包括发光层,所述发光层所用材料为所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料所述电致发光二极管包括发光层,所述发光层所用材料为所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料。本发明通过将苯基磷氧结构的两个苯基通过第二个磷氧固定,形成双磷氧的刚性受体结构,从而解决现有技术中苯基容易旋转、产生共振弛豫,导致光谱变宽、效率降低等技术问题;且两个磷氧受体能够平衡热活化延迟荧光材料分子的载流子传输性质,



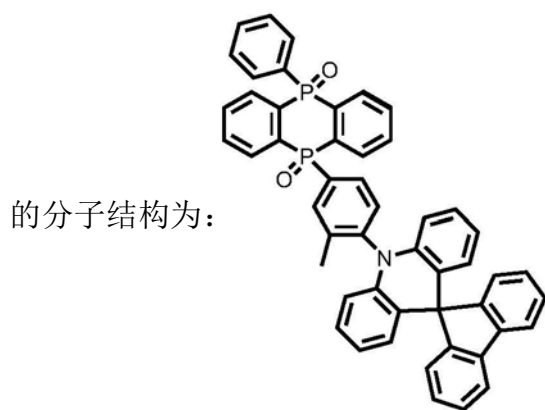
从而提高器件效率,进而改进了有机电致发光器件,使得具有该苯基磷氧热活化延迟荧光材料的有机电致发光器件其具有较高的发光效率和亮度。

[0117] 实施例5

[0118] 本实施例提供一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料,其为电子给体和电子受体反应合成的目标化合物,所述目标化合物为D-A分子结构中,D为电子给体,A为电子受体。其中,其中所述分子结构中D为电子给体,A为电子受体,所述电子受体包括苯基磷氧结构,所述苯基磷氧结构的两个苯基通过两个磷氧固定,形成双磷氧的刚性受体结构。在本实施例中,所

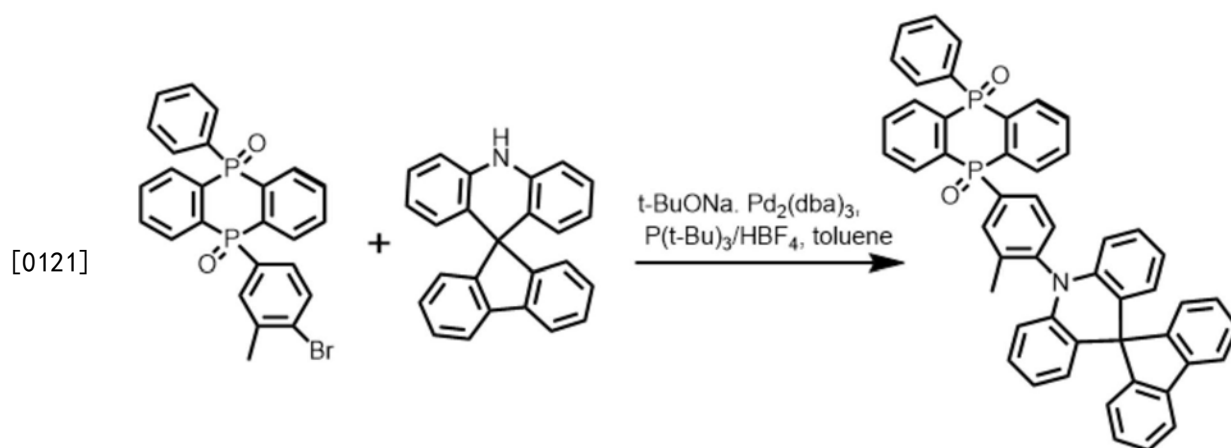


电子受体与所述电子给体经一系列化学反应后合成第一目标化合物,所述第一目标化合物



[0119] 本实施例通过将苯基磷氧结构的两个苯基通过第二个磷氧固定,形成双磷氧的刚性受体结构,从而解决现有技术中苯基容易旋转、产生共振弛豫,导致光谱变宽、效率降低等技术问题;且两个磷氧受体能够平衡热活化延迟荧光材料分子的载流子传输性质,使得所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料具有较高的发光效率和亮度。

[0120] 如图1所示,为了更加详细地解释本发明的苯基磷氧热活化延迟荧光材料,本实施例还提供一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料的合成方法,其反应式大体如式(5)所示:



式 (5)

[0122] 式 (5) 中, 所述电子受体与所述电子给体的摩尔比为 (1:1) - (1:3)。

[0123] 下面结合式 (5) 详细解释本实施例的合成方法, 其包括如下步骤:

[0124] 反应液配制步骤: 将所述电子受体 (2mmol, 0.98g); 所述电子给体 (2.2mmol, 0.73g) 以及催化剂  $t\text{-BuONa}$  (4mmol, 0.38g),  $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$  (0.04mmol, 36mg),  $\text{P}(\text{t-Bu})_3/\text{HBF}_4$  (0.2mmol, 58mg) 置于 50mL 的两口瓶中, 获得反应液。

[0125] 目标化合物纯化处理步骤, 分离纯化所述目标化合物, 获得苯基磷氧热活化延迟荧光材料。

[0126] 目标化合物合成步骤: 提供所述反应液的反应条件, 往所述手套箱中加入 20mL 除水除氧的甲苯, 在温度为  $80^\circ\text{C}$  -  $150^\circ\text{C}$  的条件下充分反应, 获得混合溶液, 所述混合溶液中具有反应生成的第一目标化合物。

[0127] 浓缩步骤: 将所述混合溶液冷却至室温, 将所述混合溶液浓缩。

[0128] 目标化合物纯化处理步骤: 通过柱层析分离纯化方法分离纯化所述第一目标化合物, 获得白色粉末 51.09g, 产率为 73%。

[0129] 下面通过质谱仪等检测仪器对获取的所述第一目标化合物进行参数分析, 分析结果包括质谱结果。

[0130] 质谱结果为:

[0131] 计算值  $m/z$ , 743.78; 实测值  $m/z$ , 743.02。

[0132] 元素分析的结果为:

[0133] 计算值: C, 80.74; H, 4.74; N, 1.88; P, 8.33;

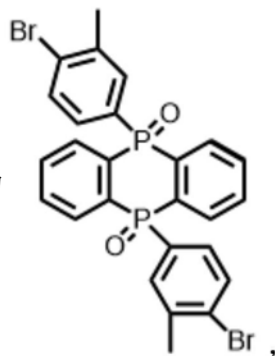
[0134] 实测值: C, 80.71; H, 4.89; N, 1.80; P, 8.15。

[0135] 本实施例还提供一种电致发光器件, 包括以上所述的苯基磷氧热活化延迟荧光材料, 其中所述电致发光二极管包括发光层, 所述发光层所用材料为所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料所述电致发光二极管包括发光层, 所述发光层所用材料为所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料。本发明通过将苯基磷氧结构的两个苯基通过第二个磷氧固定, 形成双磷氧的刚性受体结构, 从而解决现有技术中苯基容易旋转、产生共振弛豫, 导致光谱变宽、效率降低等技术问题; 且两个磷氧受体能够平衡热活化延迟荧光材料分子的载流子传输性质, 从而提高器件效率, 进而改进了有机电致发光器件, 使得具有该苯基磷氧热活化延迟荧光材料的有机电致发光器件其具有较高的发光效率和亮度。

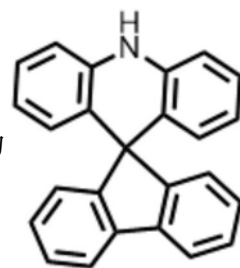
## [0136] 实施例6

[0137] 本实施例提供一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料,其为电子给体和电子受体反应合成的目标化合物,所述目标化合物为D-A分子结构中,D为电子给体,A为电子受体。其中,其中所述分子结构中D为电子给体,A为电子受体,所述电子受体包括苯基磷氧结构,所述苯基磷氧结构的两个苯基通过两个磷氧固定,形成双磷氧的刚性受体结构。在本实施例中,所

述电子受体的分子结构式为



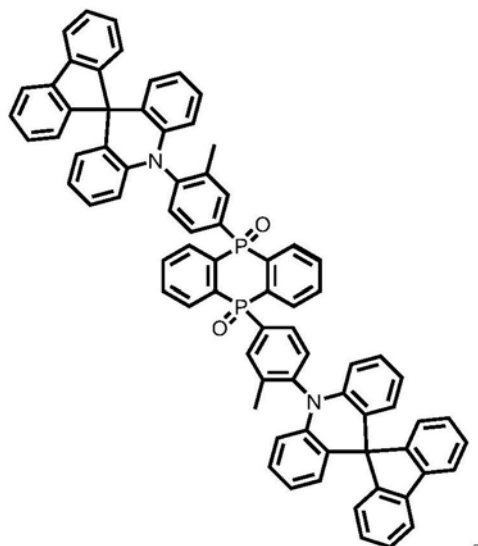
所述电子给体为



所述

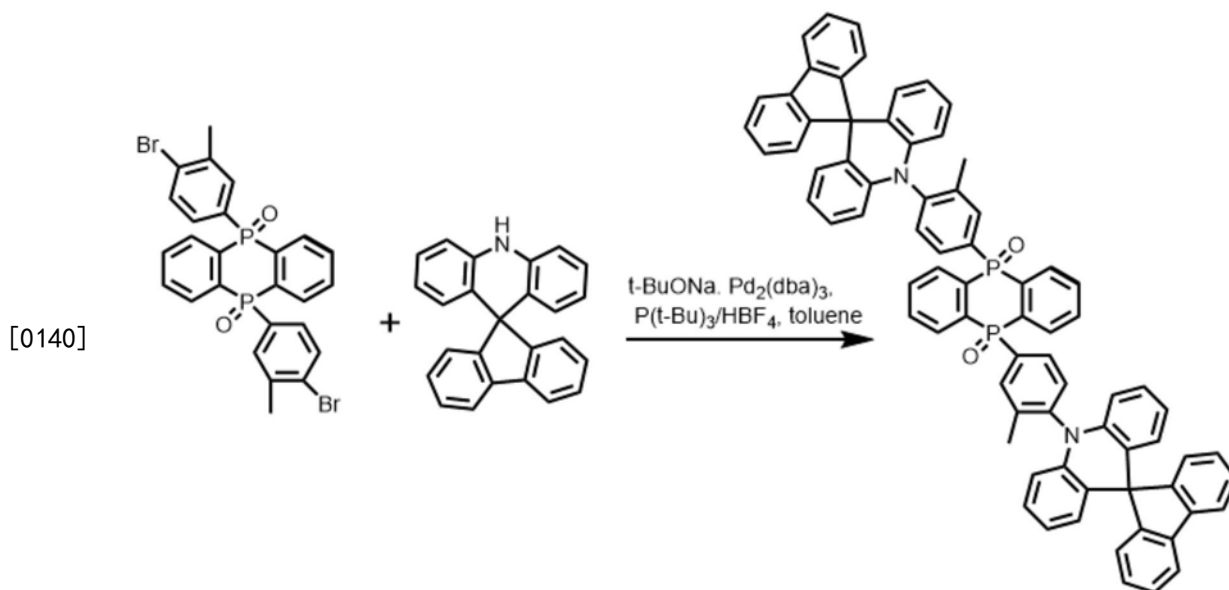
电子受体与所述电子给体经一系列化学反应后合成第一目标化合物,所述第一目标化合物

的分子结构为:



[0138] 本实施例通过将苯基磷氧结构的两个苯基通过第二个磷氧固定,形成双磷氧的刚性受体结构,从而解决现有技术中苯基容易旋转、产生共振弛豫,导致光谱变宽、效率降低等技术问题;且两个磷氧受体能够平衡热活化延迟荧光材料分子的载流子传输性质,使得所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料具有较高的发光效率和亮度。

[0139] 如图1所示,为了更加详细地解释本发明的苯基磷氧热活化延迟荧光材料,本实施例还提供一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料的合成方法,其反应式大体如式(6)所示:



式 (6)

[0141] 式 (6) 中,所述电子受体与所述电子给体的摩尔比为 (1:1)–(1:3)。

[0142] 下面结合式 (6) 详细解释本实施例的合成方法,其包括如下步骤:

[0143] 反应液配制步骤:将所述电子受体 (2mmol, 1.17g);所述电子给体 (4.4mmol, 1.5g) 以及催化剂  $t\text{-BuONa}$  (8mmol, 0.76g),  $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$  (0.08mmol, 72mg),  $\text{P}(\text{t-Bu})_3/\text{HBF}_4$  (0.4mmol, 106mg) 置于 50mL 的两口瓶中获得反应液。

[0144] 目标化合物纯化处理步骤,分离纯化所述目标化合物,获得苯基磷氧热活化延迟荧光材料。

[0145] 目标化合物合成步骤:提供所述反应液的反应条件,往所述手套箱中加入 30mL 除水除氧的甲苯,在温度为  $80^\circ\text{C}$ – $150^\circ\text{C}$  的条件下充分反应,获得混合溶液,所述混合溶液中具有反应生成的第一目标化合物。

[0146] 浓缩步骤:将所述混合溶液冷却至室温,将所述混合溶液浓缩。

[0147] 目标化合物纯化处理步骤:通过柱层析分离纯化方法分离纯化所述第一目标化合物,获得白色粉末 61.13g,产率为 52%。

[0148] 下面通过质谱仪等检测仪器对获取的所述第一目标化合物进行参数分析,分析结果包括质谱结果。

[0149] 质谱结果为:

[0150] 计算值  $m/z$ , 1087.21;实测值  $m/z$ , 1087.74。

[0151] 元素分析的结果为:

[0152] 计算值: C, 83.96; H, 4.82; N, 2.58; P, 5.70;

[0153] 实测值: C, 83.62; H, 4.34; N, 2.70; P, 5.81。

[0154] 本实施例还提供一种电致发光器件,包括以上所述的苯基磷氧热活化延迟荧光材料,其中所述电致发光二极管包括发光层,所述发光层所用材料为所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料所述电致发光二极管包括发光层,所述发光层所用材料为所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料。本发明通过将苯基磷氧结构的两个苯基通过第二个磷氧固定,形成双磷氧的刚性受体结构,从而解决现有技术中苯基容易旋转、产生共振弛豫,导致光谱变宽、效率

降低等技术问题；且两个磷氧受体能够平衡热活化延迟荧光材料分子的载流子传输性质，从而提高器件效率，进而改进了有机电致发光器件，使得具有该苯基磷氧热活化延迟荧光材料的有机电致发光器件其具有较高的发光效率和亮度。

[0155] 其中，“由……制备”与“包含”同义。本文中所用的术语“包含”、“包括”、“具有”、“含有”或其任何其它变形，意在覆盖非排它性的包括。例如，包含所列要素的组合物、步骤、方法、制品或装置不必仅限于那些要素，而是可以包括未明确列出的其它要素或此种组合物、步骤、方法、制品或装置所固有的要素。

[0156] 此外，还应注意的是，在一些可替代的实现方式中，本文中所描述的所有方法的步骤可不按顺序发生。例如，示出为连续的两个步骤可实际上大致同时执行，或者这两个步骤可有时以相反的顺序执行。

[0157] 以上所述仅是本发明的优选实施方式，应当指出，对于本技术领域的普通技术人员，在不脱离本发明原理的前提下，还可以做出若干改进和润饰，这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。

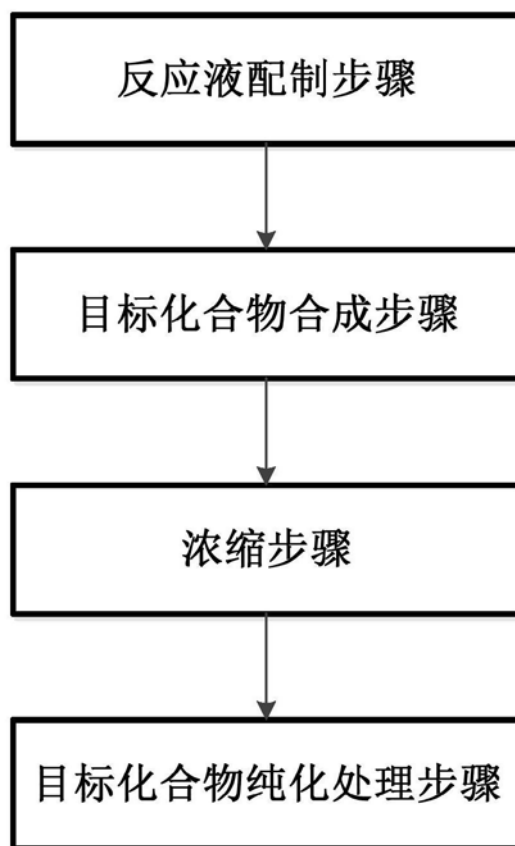


图1

专利名称(译)	苯基磷氧热活化延迟荧光材料及其合成方法、电致发光器件		
公开(公告)号	<a href="#">CN110205117A</a>	公开(公告)日	2019-09-06
申请号	CN201910503049.1	申请日	2019-06-11
[标]发明人	白科研		
发明人	白科研		
IPC分类号	C09K11/06 C07F9/6568 H01L51/50 H01L51/54		
CPC分类号	C07F9/65685 C09K11/06 C09K2211/1007 C09K2211/1029 C09K2211/1033 C09K2211/1096 H01L51/0071 H01L51/0072 H01L51/5012		
代理人(译)	黄威		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a> <a href="#">SIPO</a>		

#### 摘要(译)

本发明提供一种苯基磷氧热活化延迟荧光材料及其合成方法、电致发光器件，所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料为：电子给体和电子受体反应合成的目标化合物，所述目标化合物为D-A分子结构；其中，所述电子受体中具有苯基磷氧结构。所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料的合成方法包括：反应液配制步骤；目标化合物合成步骤；浓缩步骤；目标化合物纯化处理步骤。所述电致发光器件包括所述苯基磷氧热活化延迟荧光材料。本发明通过将苯基磷氧结构的两个苯基通过第二个磷氧固定，形成双磷氧的刚性受体结构，从而解决苯基容易旋转、产生共振弛豫，导致光谱变宽、效率降低等问题。

