



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101701152 A

(43) 申请公布日 2010.05.05

(21) 申请号 200810203246.3

H01L 51/54 (2006.01)

(22) 申请日 2008.11.24

H01L 51/56 (2006.01)

(71) 申请人 上海拓引数码技术有限公司

地址 200234 上海市徐汇区漕宝路 221 号怡
宝商务园 7 号 204 室

(72) 发明人 李恒 郑飞璠 夏芑

(74) 专利代理机构 上海智信专利代理有限公司
31002

代理人 邓琪

(51) Int. Cl.

C09K 11/06 (2006.01)

C07C 15/28 (2006.01)

H01L 51/50 (2006.01)

权利要求书 3 页 说明书 12 页

(54) 发明名称

9,10-取代-2,6-二叔丁基蒽类蓝光有机电致发光材料及其制备方法

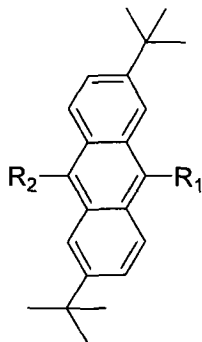
(57) 摘要

本发明涉及一种蓝色有机电致发光材料,特别涉及一种 9,10-取代-2,6-二叔丁基蒽类蓝

光有机电致发光材料,其结构通式如下:其

中 R1, R2 为: 异丙基, 叔丁基, 苯基, 甲基苯基, 叔丁基苯基, 联苯基, 6-叔丁基-2-萘基, 咔唑, 9,10-二-(2-萘基)-2-蒽基甲基及其卤代物, 可以相同也可以不同。还提供了一种该蓝光有机电致发光材料的制备方法。本发明在蒽的主体结构中引入一些刚性基团来增加其空间位阻, 这样破坏了对称性, 增加了分子之间的间隔, 这样可以形成良好的无定形态薄膜形态; 并引入了含氟的取代基团, 这些基团的给电子效应增强, 使得该类化合物的发射波长蓝移, 从而可以得到高色纯度的蓝光材料。

1. 一种 9,10- 取代 -2,6- 二叔丁基蒽类蓝光有机电致发光材料,其结构通式如下:



其中 R₁, R₂ 为: 异丙基, 叔丁基, 苯基, 甲基苯基, 叔丁基苯基, 联苯基, 6-叔丁基-2-萘基, 咔唑, 9,10-二-(2-萘基)-2-蒽基甲基或它们的卤代物, 可以相同也可以不同。

2. 根据权利要求 1 所述的蓝光有机电致发光材料, 其特征在于, 所述的 R₁, R₂ 为: 异丙基, 叔丁基, 苯基, 2,3,4,5,6-五氟苯基, 4-三氟甲基苯基, 4-叔丁基苯基, 4-全氟叔丁基苯基, 全氟联苯基, 6-叔丁基-2-萘基, 6-全氟叔丁基-2-萘基, 咔唑, 9,10-二-(2-萘基)-2-蒽基甲基, 可以相同也可以不同。

3. 根据权利要求 1-2 任一所述的蓝光有机电致发光材料, 其特征在于, 所述的 R₁ 为 6-叔丁基-2-萘基, R₂ 为异丙基, 叔丁基, 苯基, 甲基苯基, 叔丁基苯基, 联苯基, 6-叔丁基-2-萘基, 咔唑, 9,10-二-(2-萘基)-2-蒽基甲基或它们的卤代物。

4. 根据权利要求 3 所述的蓝光有机电致发光材料, 其特征在于, 所述的 R₁, R₂ 均为 6-叔丁基-2-萘基。

5. 根据权利要求 1-2 任一所述的蓝光有机电致发光材料, 其特征在于, 所述的 R₁ 为 2,3,4,5,6-五氟苯, R₂ 为异丙基, 叔丁基, 苯基, 甲基苯基, 叔丁基苯基, 联苯基, 6-叔丁基-2-萘基, 咔唑, 9,10-二-(2-萘基)-2-蒽基甲基或它们的卤代物。

6. 根据权利要求 5 所述的蓝光有机电致发光材料, 其特征在于, 所述 R₁, R₂ 都为 2,3,4,5,6-五氟苯。

7. 根据权利要求 1-2 任一所述的蓝光有机电致发光材料, 其特征在于, 所述 R₁ 为 4-叔丁基苯基, R₂ 为异丙基, 叔丁基, 苯基, 甲基苯基, 叔丁基苯基, 联苯基, 6-叔丁基-2-萘基, 咔唑, 9,10-二-(2-萘基)-2-蒽基甲基或它们的卤代物。

8. 根据权利要求 7 所述的蓝光有机电致发光材料, 其特征在于, 所述的 R₁, R₂ 均为 4-叔丁基苯基。

9. 根据权利要求 1-2 任一所述的蓝光有机电致发光材料, 其特征在于, 所述的 R₁ 为叔丁基, R₂ 为异丙基, 叔丁基, 苯基, 甲基苯基, 叔丁基苯基, 联苯基, 6-叔丁基-2-萘基, 咔唑, 9,10-二-(2-萘基)-2-蒽基甲基或它们的卤代物。

10. 根据权利要求 9 所述的蓝光有机电致发光材料, 其特征在于, 所述的 R₁ 为叔丁基, R₂ 为叔丁基。

11. 根据权利要求 1-2 任一所述的蓝光有机电致发光材料, 其特征在于, 所述的 R₁ 为 6-叔丁基-2-萘基, R₂ 为异丙基, 叔丁基, 苯基, 甲基苯基, 叔丁基苯基, 联苯基, 6-叔丁基-2-萘基, 咔唑, 9,10-二-(2-萘基)-2-蒽基甲基或它们的卤代物。

12. 根据权利要求 11 所述的蓝光有机电致发光材料, 其特征在于, 所述的 R₁ 为 6-叔丁基

基-2-萘基,, R_2 为 4-叔丁基苯基。

13. 一种 9,10-取代-2,6-二叔丁基蒽类蓝光有机电致发光材料的制备方法,包括以下步骤:

步骤 1、2,6-取代蒽的合成;

步骤 2、2,6-二叔丁基-9,10-二溴蒽的合成;

步骤 3、制备取代硼酸;

步骤 4、2,6-二叔丁基-9,10-二取代蒽的合成。

14. 根据权利要求 13 所述的制备方法,其特征在于,所述的步骤 1 具体包括:

步骤 1.1、将 0.1mol 的蒽,0.2-0.5mol 的叔丁醇,80-100ml 的三氟乙酸共混,冷却到室温,用碱性溶液处理到中性为止;

步骤 1.2、加入正己烷和水,分出有机层,加入二氯甲烷使溶液变澄清,无水硫酸镁干燥,过滤,浓缩得橙色固体粗品,用正己烷重结晶,得 2,6-取代蒽。

15. 根据权利要求 13 所述的制备方法,其特征在于,所述的步骤 2 具体包括:

步骤 2.1、将 15-20.93mmol 的 2,6-取代蒽和 150-250ml 的四氯化碳搅拌,氮气保护;

步骤 2.2、将 30-42mmol 的溴溶于 20ml 的 CCl_4 中,然后滴加于上述溶液中;

步骤 2.3、反应液中加入 10-20%亚硫酸氢钠溶液 50ml 以除去溶液中的褐色,分出有机层,水洗至中性,除去水层,有机层用无水硫酸镁干燥,过滤,浓缩得粗品,正己烷重结晶得到淡黄色的纯品 2,6-二叔丁基-9,10-二溴蒽。

16. 根据权利要求 13 所述的制备方法,其特征在于,所述的步骤 3 具体包括:

步骤 3.1、将 57-60mmol 取代萘,100-150ml 无水 THF 混合, N_2 保护,温度降到 $-70^\circ C$,

步骤 3.2、滴加 28.25ml,68.4mmol 的 n-BuLi/hexane,滴加过程控制内温不高于 $-65^\circ C$,继续搅拌反应 1hr;

步骤 3.3、滴加 50-68.6mmol 的硼酸三异丙酯,保持内温不高于 $-65^\circ C$,反应自然升温过夜;

步骤 3.4、氮气氛围下加入 150-180ml 的 10M 盐酸,搅拌 1 小时,分液,水相用 150ml 乙醚萃取三次,合并有机相,无水硫酸镁干燥,过滤,浓缩得取代硼酸。

17. 根据权利要求 13 所述的制备方法,其特征在于,所述的步骤 4 具体包括:

步骤 4.1、将 0.03mol 取代硼酸,0.01mol 的 2,6-取代基-9,10-二溴蒽,20-30ml,1.3-2M 的碱金属碳酸盐溶液,60ml 的甲苯,10ml 的乙醇混合,反应液用氮气鼓泡 10mins,置换反应瓶内气体,使反应瓶内为 N_2 氛围;

步骤 4.2、0.05-0.08mol 的 $Pd(PPh_3)_4$ 的甲苯溶液,回流过夜,冷却,析出大量灰白色固体,过滤,得 2,6-二叔丁基-9,10-二取代蒽。

18. 根据权利要求 13-17 任一所述的制备方法,其特征在于,在步骤 4 之后还包括:

步骤 5、2,6-二叔丁基-9,10-二(2-叔丁基-6-萘基-)蒽蓝色有机电致发光材料的光谱性能。

19. 一种 2,6-二叔丁基-9,10-二(2-叔丁基-6-萘基-)蒽构成的发光器件,器件中各材料的厚度为:NPB,30nm;2,6-二叔丁基-9,10-二(2-叔丁基-6-萘基-)蒽,30nm; Alq_3 ,30nm;LiF,0.5nm。

20. 一种 2,6-二叔丁基-9,10-二(2-叔丁基-6-萘基-)蒽构成的发光器件的制备方

法,包括以下步骤:

用 NPB 为空穴传输层,2,6-二叔丁基-9,10-二(2-叔丁基-6-萘基)-蒽作为发光层,Alq₃作为电子传输层,以 ITO 玻璃为阳极,氟化锂为电子注入层,铝为阴极,通过真空蒸镀方式制备发光器件。

9,10- 取代 -2,6- 二叔丁基蒽类蓝光有机电致发光材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种蓝色有机电致发光材料,特别涉及一种取代二叔丁基蒽类衍生物的蓝色有机电致发光材料。

背景技术

[0002] 有机发光显示器(即Organic Light Emitting Display,简称OLED),它在手机屏、MP3、MP4 屏上属于新崛起的种类,被誉为“梦幻显示器”。OLED 显示技术与传统的 LCD 显示方式不同,无需背光灯,采用非常薄的有机材料涂层和玻璃基板,当有电流通过时,这些有机材料就会发光,因此 OLED 屏可以做得更轻更薄,可视角度更大,并且能够显著节省电能。

[0003] 蓝光材料作为 OLED 三基色材料之一,但是蓝光材料做成的器件目前离产业化还有距离,主要原因是这些蓝光材料都存在成膜性不好和发射波长偏绿的问题,具体如下:

[0004] (1) 长时间工作在电场下或在升温(95℃)回火(annealing)程序中,蓝光材料的薄膜形态相当不稳定且容易结晶,很难形成无定形的膜;

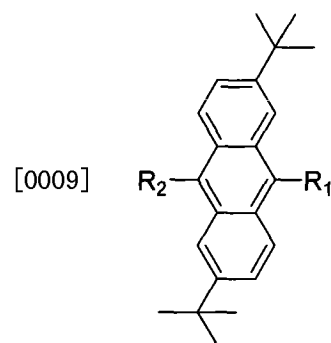
[0005] (2) 经典蓝光材料的光色都是偏绿的(CIE $x, y = 0.20, 0.26$)很难达到高色纯度和深蓝光效果;

[0006] (3) 经典蓝光材料的荧光量子效率都不高。

发明内容

[0007] 本发明所要解决的技术问题是在常规方法下蓝光材料的易结晶很难形成无定形膜的问题,光色偏绿问题以及荧光量子效率偏低问题。

[0008] 为了解决上述技术问题,本发明的 9,10- 取代 -2,6- 二叔丁基蒽类蓝光有机电致发光材料,其结构通式如下:



[0010] 其中 R1, R2 为:异丙基,叔丁基,苯基,甲基苯基,叔丁基苯基,联苯基,6-叔丁基-2-萘基,呋唑,9,10-二-(2-萘基)-2-蒽基甲基及其卤代物,可以相同也可以不同。

[0011] 本发明还提供了一种 9,10- 取代 -2,6- 二叔丁基蒽类蓝光有机电致发光材料的制备方法,包括以下步骤:

[0012] 步骤 1、2,6- 取代蒽的合成

[0013] 将 0.1mol 的蒽,0.2-0.5mol 的叔丁醇,80-100ml 的三氟乙酸共混,冷却到室温,用

碱性溶液处理到中性为止；加入正己烷和水，分出有机层，加入二氯甲烷使溶液变澄清，无水硫酸镁干燥，过滤，浓缩得橙色固体粗品，用正己烷重结晶，得 2,6-取代蒽；

[0014] 步骤 2、2,6-二叔丁基-9,10-二溴蒽的合成

[0015] 将 15-20.93mmol 的 2,6-取代蒽和 150-250ml 的四氯化碳搅拌，氮气保护；将 30-42mmol 的溴溶于 20ml 的 CCl_4 中，然后滴加于上述溶液中；反应液中加入 10-20% 亚硫酸氢钠溶液 50ml 以除去溶液中的褐色，分出有机层，水洗至中性，除去水层，有机层用无水硫酸镁干燥，过滤，浓缩得粗品，正己烷重结晶得到淡黄色的纯品 2,6-二叔丁基-9,10-二溴蒽；

[0016] 步骤 3、制备取代硼酸

[0017] 将 57-60mmol 取代蒽，100-150ml 无水 THF 混合， N_2 保护，温度降到 -70°C ；滴加 28.25ml, 68.4mmol 的 $n\text{-BuLi/hexane}$ ，滴加过程控制内温不高于 -65°C ，继续搅拌反应 1hr；滴加 50-68.6mmol 的硼酸三异丙酯，保持内温不高于 -65°C ，反应自然升温过夜；氮气氛围下加入 150-180ml 的 10M 盐酸，搅拌 1 小时，分液，水相用 150ml 乙醚萃取三次，合并有机相，无水硫酸镁干燥，过滤，浓缩得取代硼酸；

[0018] 步骤 4、2,6-二叔丁基-9,10-二取代蒽的合成

[0019] 将 0.03mol 取代硼酸，0.01mol 的 2,6-取代基-9,10-二溴蒽，20-30ml, 1.3-2M 的碱金属碳酸盐溶液，60ml 的甲苯，10ml 的乙醇混合，反应液用氮气鼓泡 10mins，置换反应瓶内气体，使反应瓶内为 N_2 氛围；0.05-0.08mol 的 $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_4$ 的甲苯溶液，回流过夜，冷却，析出大量灰白色固体，过滤，得 2,6-二叔丁基-9,10-二取代蒽。

[0020] 本发明另提供了一种 2,6-二叔丁基-9,10-二(2-叔丁基-6-萘基-)蒽构成的发光器件，器件中各材料的厚度为：NPB, 30nm；2,6-二叔丁基-9,10-二(2-叔丁基-6-萘基-)蒽，30nm； Alq_3 , 30nm；LiF, 0.5nm。

[0021] 本发明最后提供了一种 2,6-二叔丁基-9,10-二(2-叔丁基-6-萘基-)蒽构成的发光器件的制备方法，包括以下步骤：用 NPB 为空穴传输层，2,6-二叔丁基-9,10-二(2-叔丁基-6-萘基-)蒽作为发光层， Alq_3 作为电子传输层，以 ITO 玻璃为阳极，氟化锂为电子注入层，铝为阴极，通过真空蒸镀方式制备发光器件。

[0022] 通过上述结构，本发明能够达到以下效果：通过分子设计的方法，在蒽的主体结构中引入一些刚性基团，比如说甲基，异丙基或者叔丁基等来增加其空间位阻，这样破坏了 ADN 的对称性，增加了分子之间的间隔，可以解决薄膜形态的问题，使得该材料的薄膜在回火前后的薄膜影像形态变好，并引入了含氟的取代基团，比如说五氟苯，氟取代联苯，对三氟甲基苯等，这些基团的给电子效应增强，使得该类化合物的发射波长蓝移，从而可以得到高色纯度的蓝光材料。

具体实施方式

[0023] 下面给出本发明的较佳实施例，并予以详细描述，使能更好地理解本发明的功能、特点。

[0024] 以下实施例中，所用溶剂，催化剂均为国药集团化学试剂有限公司商品，分析纯 AR 级。

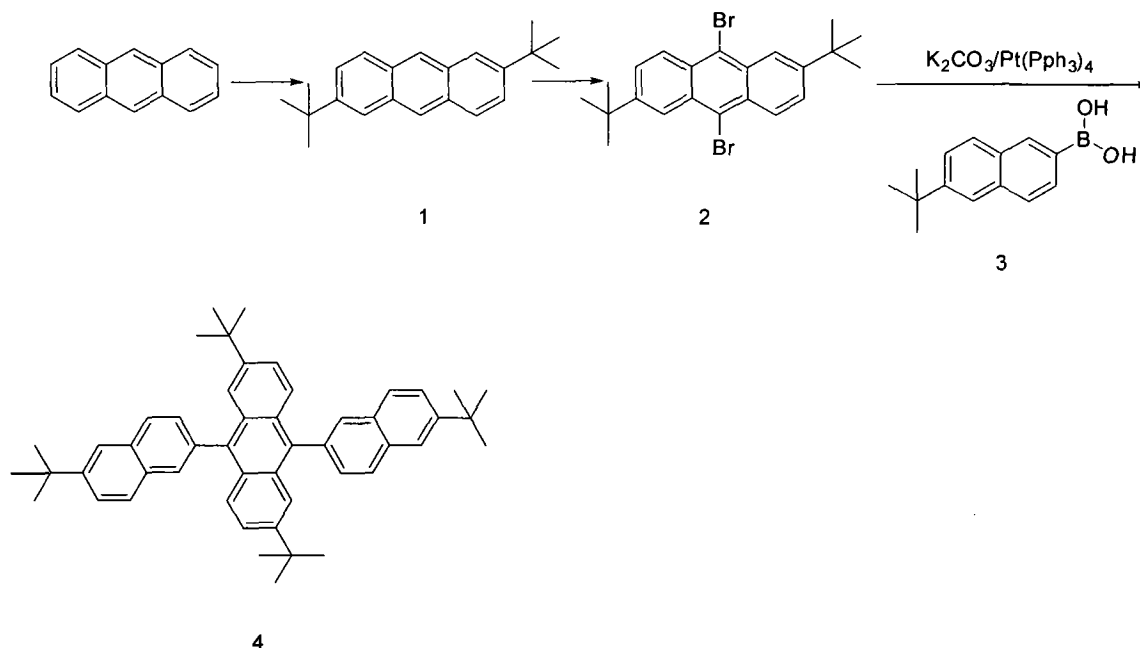
[0025] 产品性能测试项目及测试仪器：吸收光谱由 Hitach 330 紫外可见吸收光谱仪测

定;荧光光谱和荧光量子产率由 Hitach F-4500 型荧光分光光度计测定。

[0026] 实施例 1.1

[0027] R_1, R_2 为 6-叔丁基-2-萘基的取代蒽类蓝光有机电致发光材料的合成路径:

[0028]



[0029] (1) 2,6-二叔丁基蒽的合成:

[0030] 蒽 (17.8g, 0.1mol), 叔丁醇 (22.2g, 0.3mol), 三氟乙酸 (100ml), 回流 24 小时, 冷却到室温, 黑色溶液用碳酸氢钠水溶液处理, 到中性为止. 加入正己烷 (200mL) 和水 (200mL), 分出有机层, 加入二氯甲烷使溶液变澄清, 无水硫酸镁干燥, 过滤, 浓缩得橙色固体粗品, 用正己烷重结晶, 得纯品 2,6-二叔丁基蒽 24.6g, 收率 85%。

[0031] (2) 2,6-二叔丁基-9,10-二溴蒽的合成

[0032] 在 500ml 三口瓶中加入 2,6-二叔丁基蒽 (6.08g, 20.93mmol) 和四氯化碳 (200ml), 开动搅拌, 氮气保护. 将溴 (6.72g, 42mmol) 溶于 CCl_4 (20ml) 中, 然后滴加于上述溶液中, 滴加时间不超过一小时, 滴完以后继续反应三小时, TLC 检测反应结束. 反应液中加入 10% 的亚硫酸氢钠溶液 (50ml) 以除去溶液中的褐色, 分出有机层, 水洗至中性, 除去水层, 有机层用无水硫酸镁干燥, 过滤, 浓缩得粗品, 正己烷重结晶得到淡黄色的纯品 2,6-二叔丁基-9,10-二溴蒽, 6.52g, 收率 69%。

[0033] (3) 6-叔丁基-2-萘硼酸

[0034] 250ml 三口瓶中加入 6-溴-2-叔丁基萘 (15g, 57mmol), 无水 THF (138ml), N_2 保护, 干冰丙酮浴降至内温低于 $-70^\circ C$, 滴加 $n-BuLi$ /hexane (28.25ml, 68.4mmol), 滴加过程控制内温不高于 $-65^\circ C$, 30min 滴完, 继续搅拌反应 1hr, 滴加硼酸三异丙酯 (12.9g, 68.6mmol), 控制滴加速度, 保持内温不高于 $-65^\circ C$, 30min 滴完, 反应自然升温过夜, 氮气氛围下加入盐酸 (180ml, 10M), 搅拌 1 小时, 分液, 水相用 150ml 乙醚萃取三次, 合并有机相, 无水硫酸镁干燥, 过滤, 浓缩得白色固体, 产率 80%。(4) 2,6-二叔丁基-9,10-二(2-叔丁基-6-萘基-)蒽

[0035] 6-叔丁基-2-萘硼酸 (6.8g, 0.03mol), 2,6-二叔丁基-9,10-二溴蒽 (4.5g, 0.01mol), Na_2CO_3 水溶液 (30ml, 2M), 甲苯 (60ml), 乙醇 (10ml), 反应液用氮气鼓泡 10mins,

置换反应瓶内气体,使反应瓶内为 N_2 氛围, $Pd(PPh_3)_4$ (0.1g, 0.08mol) 的甲苯溶液,回流过夜,冷却,析出大量灰白色固体,过滤,得 2,6-二叔丁基-9,10-二(2-叔丁基-6-萘基-)蒽 5g, 收率 76%。

[0036] (5) 2,6-二叔丁基-9,10-二(2-叔丁基-6-萘基-)蒽蓝色有机电致发光材料的光谱性能:

[0037] 吸收光谱 $\lambda_{max} = 240nm$.

[0038] 荧光光谱 $\lambda_{max} = 446nm$

[0039] 荧光量子产率 $\Phi = 1.4$

[0040] 实施例 1.2

[0041] (1) 2,6-二叔丁基蒽的合成

[0042] 其它条件不变,叔丁醇改为 0.5mol,三氟乙酸改为 80ml,得纯品 2,6-二叔丁基蒽 20.2g, 收率 83%。

[0043] (2) 2,6-二叔丁基-9,10-二溴蒽的合成

[0044] 其它条件不变,2,6-二叔丁基蒽改为 15.5g,四氯化碳改为 160ml,溴改为 32mmol,亚硫酸氢钠溶液为 20%,得到淡黄色的纯品 2,6-二叔丁基-9,10-二溴蒽,4.42g, 收率 67%

[0045] (3) 6-叔丁基-2-萘硼酸

[0046] 其它条件不变,6-溴-2-叔丁基萘改为 60mmol,无水 THF 改为 148ml,硼酸三异丙酯改为 51mmol,盐酸改为 150ml,产率 80%。

[0047] (4) 2,6-二叔丁基-9,10-二(2-叔丁基-6-萘基-)蒽

[0048] Na_2CO_3 水溶液改为 20ml, 1.3M, $Pd(PPh_3)_4$ 改为 0.05mol,得 2,6-二叔丁基-9,10-二(2-叔丁基-6-萘基-)蒽 4.8g, 收率 75%。

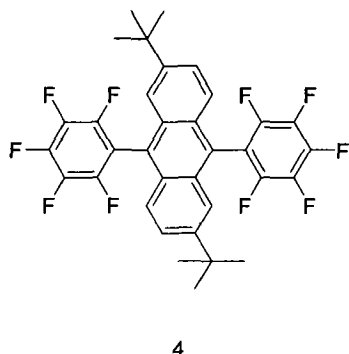
[0049] (5) 2,6-二叔丁基-9,10-二(2-叔丁基-6-萘基-)蒽蓝色有机电致发光材料的光谱性能

[0050] 同实施例 1.1。

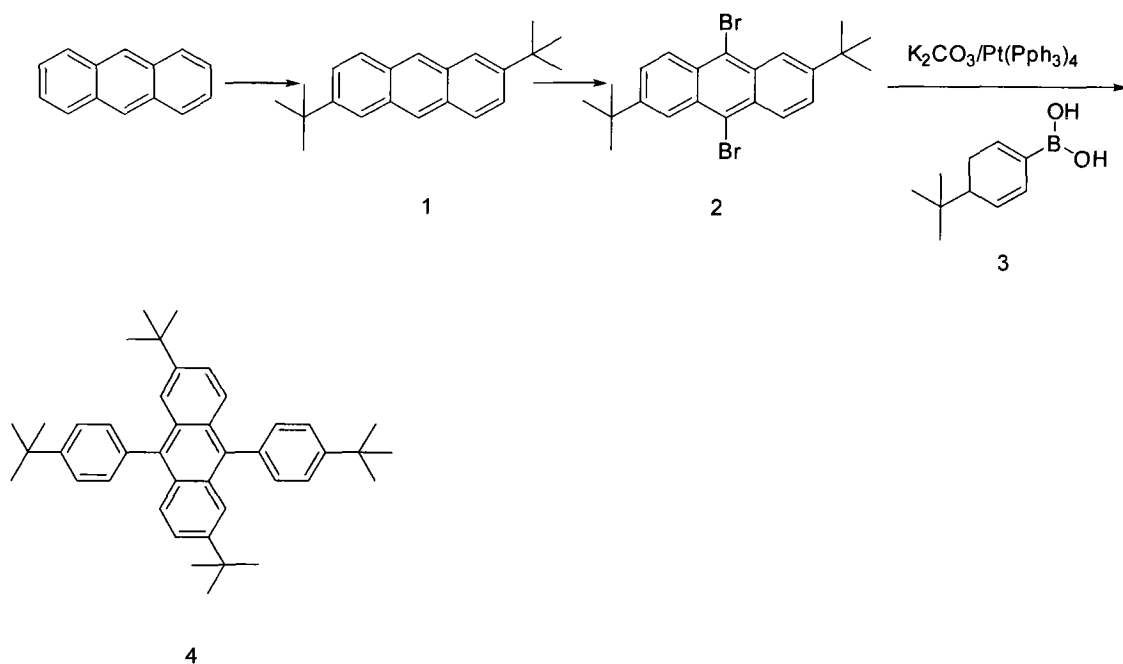
[0051] 实施例 2

[0052] R_1, R_2 都为 2,3,4,5,6-五氟苯的蓝色有机电致发光材料合成路径

[0053]



[0066]



[0067] (1) 2,6-二叔丁基蒽的合成与实施例 1 相同。

[0068] (2) 2,6-二叔丁基-9,10-二溴蒽的合成与实施例 1 相同。

[0069] (3) 4-叔丁基苯基硼酸

[0070] 250ml 三口瓶中加入 4-叔丁基溴苯 (12.1g, 57mmol), 无水 THF (138ml), N_2 保护, 干冰丙酮浴降至内温低于 $-70^{\circ}C$, 滴加 n-BuLi/hexane (28.25ml, 68.4mmol), 滴加过程控制内温不高于 $-65^{\circ}C$, 30min 滴完, 继续搅拌反应 1hr, 滴加硼酸三异丙酯 (12.9g, 68.6mmol), 控制滴加速度, 保持内温不高于 $-65^{\circ}C$, 30min 滴完, 反应自然升温过夜, 氮气氛围下加入盐酸 (180ml, 10M), 搅拌 1 小时, 分液, 水相用 150ml 乙醚萃取三次, 合并有机相, 无水硫酸镁干燥, 过滤, 浓缩得白色固体, 产率 80%。(4) 2,6-二叔丁基-9,10-二(4-叔丁基苯基)-蒽

[0071] 4-叔丁基苯基硼酸 (5.4g, 0.03mol), 2,6-二叔丁基-9,10-二溴蒽 (4.5g, 0.01mol), Na_2CO_3 水溶液 (30ml, 2M), 甲苯 (60ml), 乙醇 (10ml), 反应液用氮气鼓泡 10mins, 置换反应瓶内气体, 使反应瓶内为 N_2 氛围, $Pd(PPh_3)_4$ (0.1g, 0.08mol) 的甲苯溶液, 回流过夜, 冷却, 析出大量灰白色固体, 过滤, 得 2,6-二叔丁基-9,10-二(4-叔丁基苯基)-蒽 4.2g, 产率 76%。

[0072] (5) 2,6-二叔丁基-9,10-二(4-叔丁基苯基-)蒽蓝色有机电致发光材料的光谱性能：

[0073] 吸收光谱 $\lambda_{\max} = 240\text{nm}$.

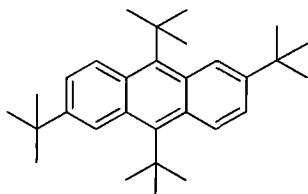
[0074] 荧光光谱 $\lambda_{\max} = 446\text{nm}$

[0075] 荧光量子产率 $\Phi = 1.4$

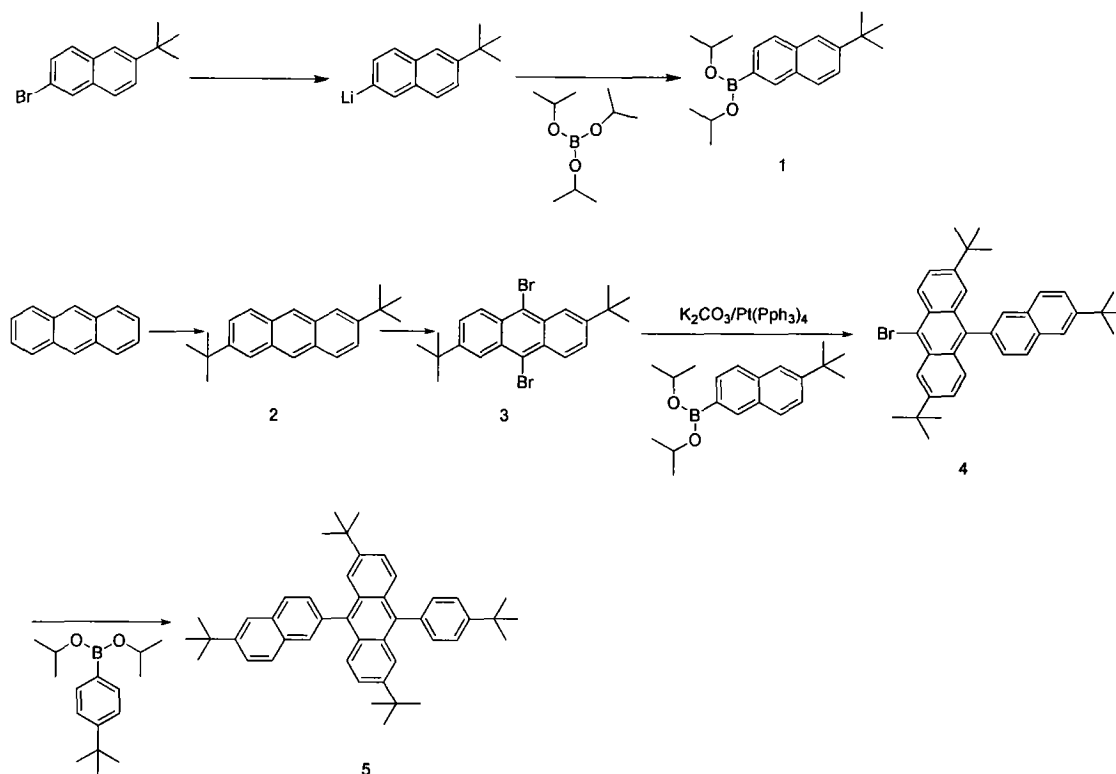
[0076] 实施例 4

[0077] R_1, R_2 为叔丁基的取代蒽类蓝光有机电致发光材料的合成路径

[0078]



[0091]



[0092] (1) 6-叔丁基-2-萘基二异丙氧基硼酸酯的合成与实施例 1 相同。

[0093] (2) 2,6-二叔丁基蒽的合成与实施例 1 相同。

[0094] (3) 2,6-二叔丁基-9,10-二溴蒽的合成与实施例 1 相同。

[0095] (4) 2,6-二叔丁基-9-(6-叔丁基萘基)-10-溴蒽的合成

[0096] 6-叔丁基-2-萘硼酸 (4g, 0.013mol), 2,6-二叔丁基-9,10-二溴蒽 (16.13g, 0.036mol) 溶于 240ml 四氢呋喃中, 加入 K_2CO_3 水溶液 (60ml, 2M), 加入 $Pt(PPh_3)_4$ (348mg, 0.0003mol), 氮气保护, 加热至回流反应过夜, 后处理, 冷却反应液至室温, 析出大量黄绿色固体, 过滤, 所得固体柱层析分离得产物 15.8g, 收率 80%。

[0097] (5) 2,6-二叔丁基-9-(6-叔丁基萘基)-10-(4-叔丁基苯基)蒽的合成

[0098] 4-叔丁基苯基硼酸酯 (7.8g, 0.03mol), 2,6-二叔丁基-9-(6-叔丁基萘基)-10-溴蒽 (5.5g, 0.01mol), Na_2CO_3 水溶液 (30ml, 2M), 甲苯 (60ml), 乙醇 (10ml), 反应液用氮气鼓泡 10mins, 置换反应瓶内气体, 使反应瓶内为 N_2 氛围, $Pd(PPh_3)_4$ (0.1g, 0.08mol) 的甲苯溶液, 回流过夜, 冷却, 析出大量灰白色固体, 过滤, 得灰白色固体 4.8 克, 产率 80%。

[0099] (6) 2,6-二叔丁基-9-(6-叔丁基萘基)-10-(4-叔丁基苯基)蒽蓝色有机电致发光材料的光谱性能:

[0100] 吸收光谱 $\lambda_{max} = 244nm$.

[0101] 荧光光谱 $\lambda_{max} = 448nm$

[0102] 荧光量子产率 $\Phi = 1.5$

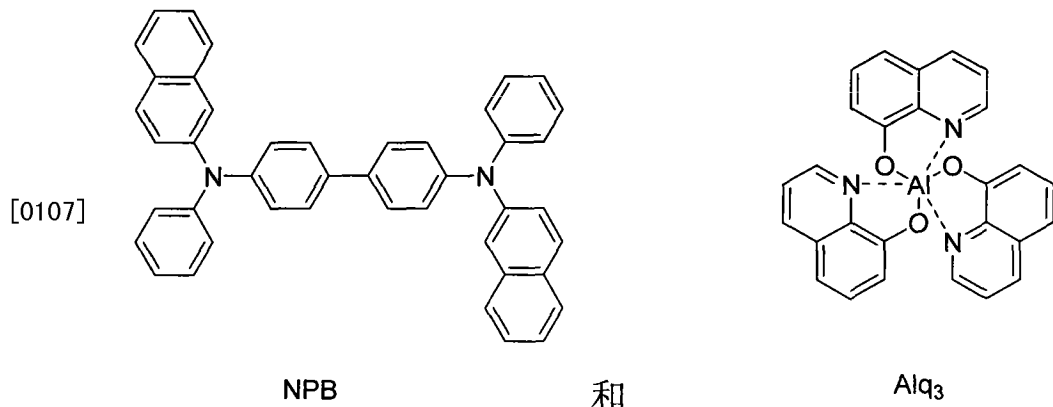
[0103] 另外, 其他可行的实施例包括在表 1 中。

[0104] 实施例 6

[0105] 2,6-二叔丁基-9,10-二(2-叔丁基-6-萘基)蒽构成的发光器件的制作和性能

[0106] 用 NPB 为空穴传输层, 2,6-二叔丁基-9,10-二(2-叔丁基-6-萘基)蒽作为发光层, Alq_3 作为电子传输层, 以 ITO 玻璃为阳极, 氟化锂为电子注入层, 铝为阴极, 通过真空蒸

镀方式制备发光器件。器件中各材料的厚度为:NPB, 30nm; 2,6-二叔丁基-9,10-二(2-叔丁基-6-萘基-)蒽, 30nm; Alq₃, 30nm; LiF, 0.5nm. 在 10V 的操作电压下, 发射 450nm 蓝光, 高度为 3500cd/m²。器件制作中, 所用空穴传输层 NPB 和电子传输层 Alq₃ 的化学结构为:



[0108] 实施例 7

[1019] 2,6-二叔丁基-9,10-二(4-叔丁基苯基-)蒽构成的发光器件的制作和性能器件的制造工艺同实施例6。器件性能为,在8V的操作电压下,发射470nm的蓝光,亮度为5000cd/m²。

[0110] 本发明 9,10-取代-2,6-二叔丁基蒽类衍生物具有优异的电化学性能、高的热稳定性和良好的电子传递性能。当其作为主体发光层使用时,可获得发射蓝光的电流效率达到 5cd/A 的高效器件。

[0111] 以上所述的, 仅为本发明的较佳实施例, 并非用以限定本发明的范围, 本发明的上述实施例还可以做出各种变化。即凡是依据本发明申请的权利要求书及说明书内容所作的简单、等效变化与修饰, 皆落入本发明专利的权利要求保护范围。

[0112]

[illegible]

[0113]

[illegible]

[0114]

酯, 6-叔丁基-2-萘基溴, 异丙基溴	异丙酯, 6-叔丁基-2-萘基溴, 叔丁基-2-萘基溴, 溴苯	酯, 6-叔丁基-2-萘基溴, 甲基苯基溴	酯, 6-叔丁基-2-萘基溴, 叔丁基苯基溴	酯, 6-叔丁基-2-萘基溴, 联苯基溴	萘, 硼酸三异丙酯	酯, 6-叔丁基-2-萘基溴, 吡唑	丁基-2-萘基溴, 叔基溴, 9, 10-二-(2-萘基)-2-萘基甲基溴
吡唑	萘, 叔丁醇, 液溴, 硼酸三异丙酯, 溴代吡唑, 异丙基溴	萘, 叔丁醇, 液溴, 硼酸三异丙酯, 溴代吡唑, 甲基苯基溴	萘, 叔丁醇, 液溴, 硼酸三异丙酯, 溴代吡唑, 叔丁基苯基溴	萘, 叔丁醇, 液溴, 硼酸三异丙酯, 溴代吡唑, 联苯基溴	萘, 叔丁醇, 液溴, 硼酸三异丙酯, 溴代吡唑, 6-叔丁基-2-萘基溴	萘, 叔丁醇, 液溴, 硼酸三异丙酯, 溴代吡唑	萘, 叔丁醇, 液溴, 硼酸三异丙酯, 溴代吡唑, 叔基溴, 9, 10-二-(2-萘基)-2-萘基甲基溴
9, 10-二-(2-萘基)-2-萘基甲基	萘, 叔丁醇, 液溴, 硼酸三异丙酯, 9, 10-二-(2-萘基)-2-萘基甲基溴, 异丙基溴	萘, 叔丁醇, 液溴, 硼酸三异丙酯, 9, 10-二-(2-萘基)-2-萘基甲基溴, 甲基苯基溴	萘, 叔丁醇, 液溴, 硼酸三异丙酯, 9, 10-二-(2-萘基)-2-萘基甲基溴, 叔丁基苯基溴	萘, 叔丁醇, 液溴, 硼酸三异丙酯, 9, 10-二-(2-萘基)-2-萘基甲基溴, 联苯基溴	萘, 叔丁醇, 液溴, 硼酸三异丙酯, 9, 10-二-(2-萘基)-2-萘基甲基溴, 6-叔丁基-2-萘基溴	萘, 叔丁醇, 液溴, 硼酸三异丙酯, 9, 10-二-(2-萘基)-2-萘基甲基溴	萘, 叔丁醇, 液溴, 硼酸三异丙酯, 9, 10-二-(2-萘基)-2-萘基甲基溴

专利名称(译)	9,10-取代-2,6-二叔丁基蒽类蓝光有机电致发光材料及其制备方法		
公开(公告)号	CN101701152A	公开(公告)日	2010-05-05
申请号	CN200810203246.3	申请日	2008-11-24
[标]申请(专利权)人(译)	上海拓引数码技术有限公司		
申请(专利权)人(译)	上海拓引数码技术有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	上海拓引数码技术有限公司		
[标]发明人	李恒 郑飞璠 夏芑		
发明人	李恒 郑飞璠 夏芑		
IPC分类号	C09K11/06 C07C15/28 H01L51/50 H01L51/54 H01L51/56		
代理人(译)	邓琪		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

本发明涉及一种蓝色有机电致发光材料，特别涉及一种9，10-取代-2，6-二叔丁基蒽类蓝光有机电致发光材料，其结构通式如下：其中R₁，R₂为：异丙基，叔丁基，苯基，甲基苯基，叔丁基苯基，联苯基，6-叔丁基-2-萘基，咔唑，9，10-二-(2-萘基)-2-蒽基甲基及其卤代物，可以相同也可以不同。还提供了一种该蓝光有机电致发光材料的制备方法。本发明在蒽的主体结构中引入一些刚性基团来增加其空间位阻，这样破坏了对称性，增加了分子之间的间隔，这样可以形成良好的无定形态薄膜形态；并引入了含氟的取代基团，这些基团的给电子效应增强，使得该类化合物的发射波长蓝移，从而可以得到高色纯度的蓝光材料。

