



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101575505 B

(45) 授权公告日 2013. 04. 10

(21) 申请号 200910047742. 9

US 2007/0262302 A1, 2007. 11. 15,

(22) 申请日 2009. 03. 18

审查员 胡晓珊

(73) 专利权人 东华大学

地址 201620 上海市松江区松江新城区人民
北路 2999 号

(72) 发明人 徐洪耀 诸亚堃 林乃波 光善仪

(74) 专利代理机构 上海泰能知识产权代理事务
所 31233

代理人 黄志达 谢文凯

(51) Int. Cl.

C09K 11/06 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 1651438 A, 2005. 08. 10,

US 2008/0029739 A1, 2008. 02. 07,

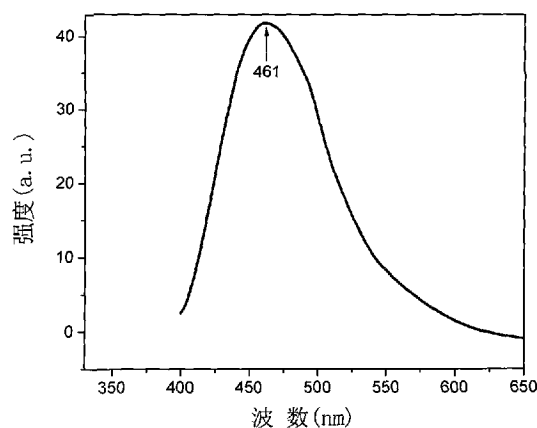
权利要求书 4 页 说明书 9 页 附图 3 页

(54) 发明名称

一种有机无机杂化结构蓝光发光材料及其制备
和应用

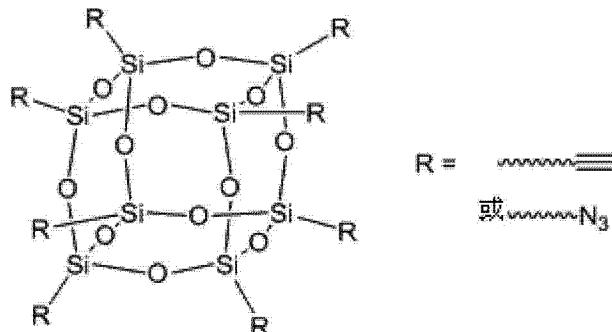
(57) 摘要

本发明涉及一种有机无机杂化结构蓝光发光材料,其组分包括:末端功能倍半硅氧烷 POSS 和末端单官能或双官能发光分子,其摩尔比为 1 : 1 ~ 8 ;其制备包括:在 N_2 保护下,将末端功能 POSS 与发光分子按摩尔比 1 : 1 ~ 8 投料,以 CuI 为催化剂,选用 DMF 或 DMSO 作为溶剂,控制反应温度 20 ~ 70°C,反应 8 ~ 24h,过滤,用 $CHCl_3$, MeOH, H_2O , THF, Et_2O 洗涤,真空干燥,即得;该蓝光材料应用于各种显示器、光学通信、室内装饰光源的制备领域。本发明的蓝光材料可实现有机发光基团个数的精确控制,从而实现对发光色纯度的有效调节;该制备工艺简单,反应速度快,对环境友好。



1. 一种有机无机杂化结构蓝光发光材料,其组分包括:末端功能倍半硅氧烷 POSS 和末端单官能或双官能发光分子,其摩尔比为 1:1 ~ 8;其中,

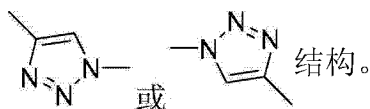
末端功能倍半硅氧烷 POSS 为末端炔或末端叠氮功能倍半硅氧烷 POSS,是在倍半硅氧笼形结构 Si_8O_{12} 的八个顶点 Si 原子上连接有八个进行点击化学反应的末端功能有机基团 R,其分子式为 $\text{R}_8\text{Si}_8\text{O}_{12}$,结构如下所示:



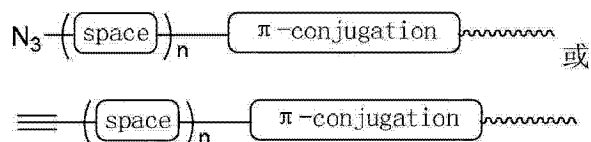
其中,~~~~~为烷基链或硅氧链;

末端单官能或双官能发光分子为末端叠氮或末端炔单官能发光分子或末端叠氮或末端炔双官能发光分子;

所述的点击化学反应为带有末端炔基的功能倍半硅氧烷 POSS 与带有末端叠氮基的发光分子反应或带有末端叠氮基的功能倍半硅氧烷 POSS 与带有末端炔的发光分子反应形成

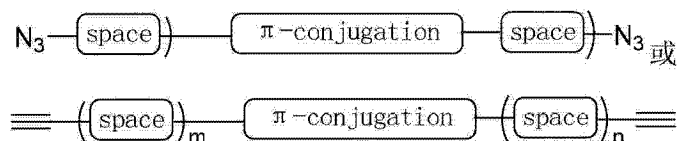


2. 根据权利要求 1 所述的一种有机无机杂化结构蓝光发光材料,其特征在于:所述的末端叠氮或末端炔单官能发光分子的结构如下:



其中, $n=0$ 或 1, ~~~~~为烷基链;

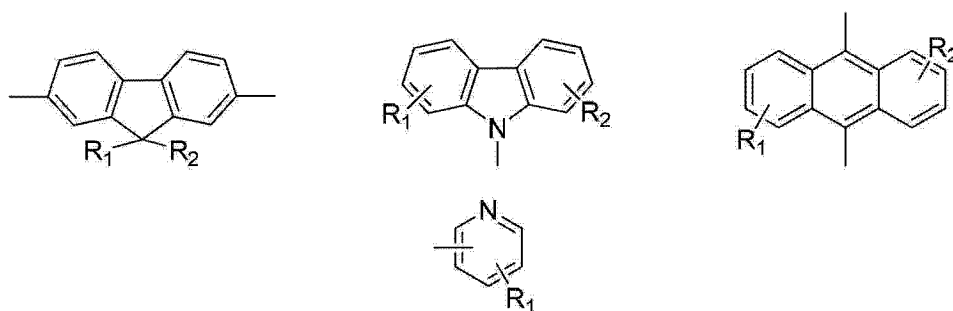
所述的末端叠氮或末端炔双官能发光分子的结构如下:



其中, $m, n=0$ 或 1。

3. 根据权利要求 2 所述的一种有机无机杂化结构蓝光发光材料,其特征在于:所述的 space 为烷基、烷氧基、取代或未取代芳基、芳烷基、芳氧基、杂芳基、杂环烷基或酯基。

4. 根据权利要求 2 所述的一种有机无机杂化结构蓝光发光材料,其特征在于:所述的 π -conjugation 为茆衍生物、呋唑衍生物、蒽衍生物、吡啶衍生物或苯撑乙烯衍生物,其结构如下所示:

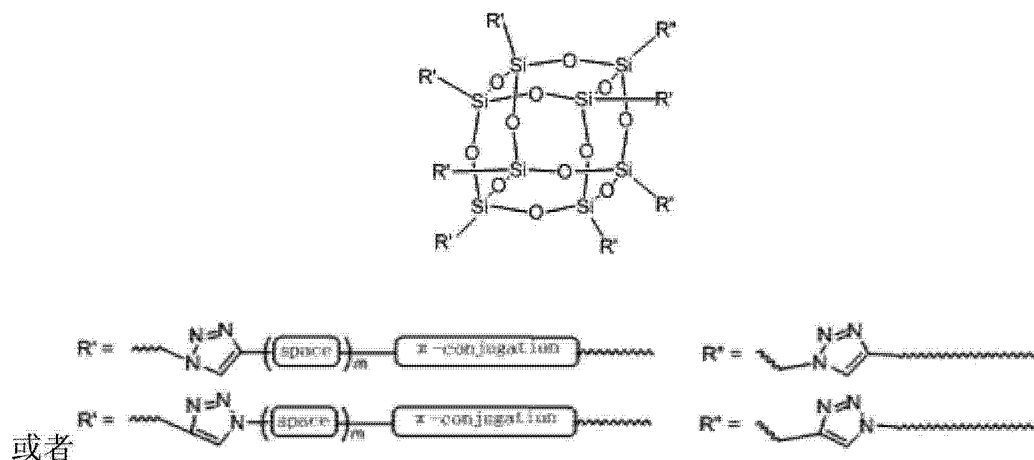


其中, R_1 和 R_2 为氢原子、卤原子、氰基、氨基、烷基、烷氧基、取代或未取代芳基、芳烷基、芳氧基、杂芳环、环烷基或酯基。

5. 根据权利要求 1 所述的一种有机无机杂化结构蓝光发光材料, 其特征在于: 所述的有机无机杂化蓝光材料为基于倍半硅氧烷有机无机杂化的星形小分子蓝光材料或基于倍半硅氧烷有机无机杂化的网络形高分子蓝光材料。

6. 根据权利要求 5 所述的一种有机无机杂化结构蓝光发光材料, 其特征在于: 所述的有机无机杂化的星形小分子蓝光材料其组分包括末端功能倍半硅氧烷 POSS、末端单官能发光分子和末端单官能封端有机分子, 其摩尔比为 $1:n:8-n$, 分子通式为 $R'_n R''_{8-n} Si_8 O_{12}$, 其中 $n=1 \sim 8$, R' 为发光分子链, R'' 为封端有机分子链。

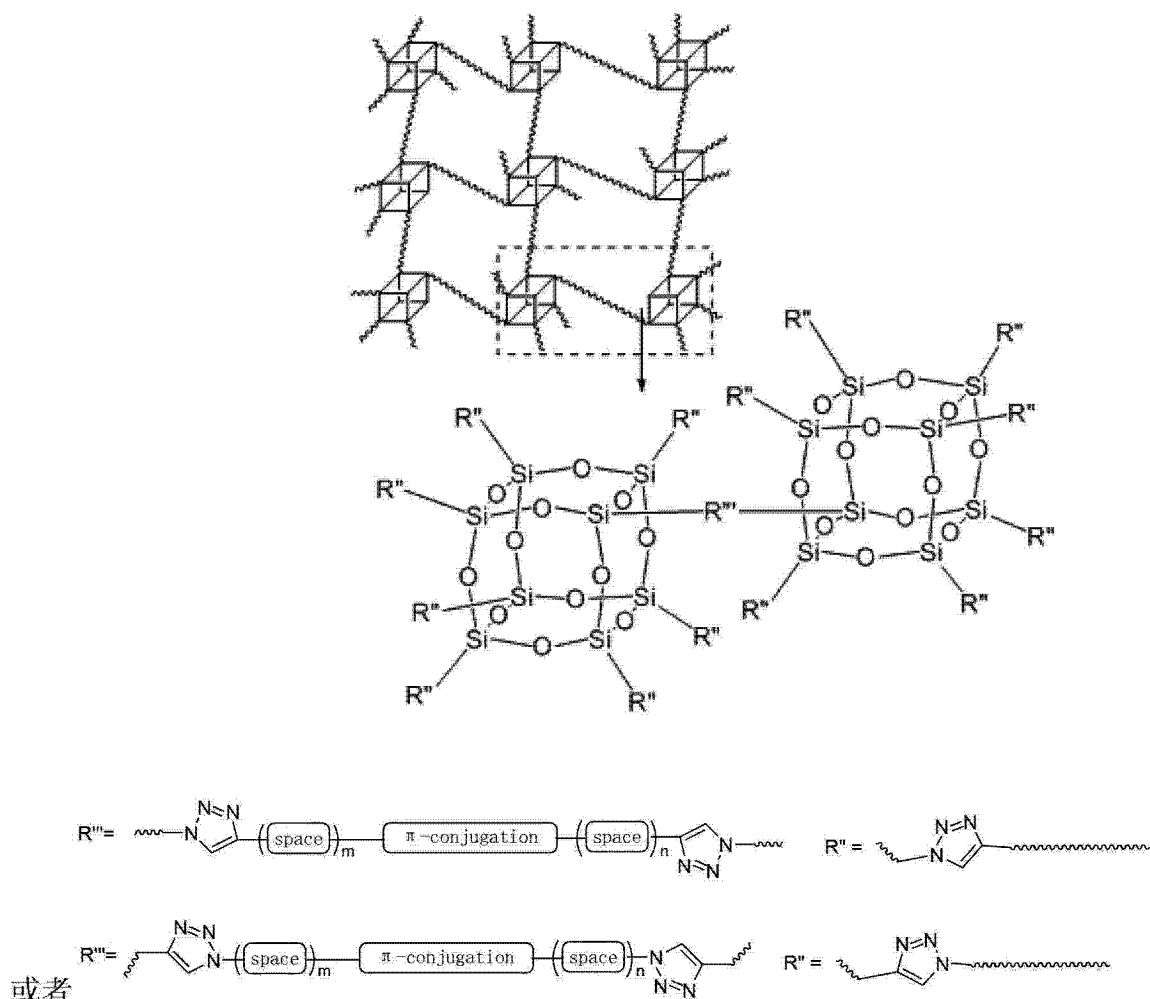
7. 根据权利要求 6 所述的一种有机无机杂化结构蓝光发光材料, 其特征在于: 当 $n=7$ 时, 所述的基于倍半硅氧烷有机无机杂化的星形小分子蓝光材料的分子式为 $R'_7 R'' Si_8 O_{12}$, 其特征结构如下:



其中, $m=0$ 或 1 , $\sim$ 为烷基链。

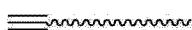
8. 根据权利要求 5 所述的一种有机无机杂化结构蓝光发光材料, 其特征在于: 所述的基于倍半硅氧烷有机无机杂化的网络形高分子蓝光材料其组分包括末端功能倍半硅氧烷 POSS、末端双官能发光分子和末端双官能封端基团;

所述的基于倍半硅氧烷有机无机杂化的网络形高分子蓝光材料分子式为 $R'''_{12} R''_{48} (Si_8 O_{12})_9$, 其特征结构如下:



其中, $m, n=0$ 或 1 , $\sim$ 为烷基链。

9. 根据权利要求 6 所述的一种有机无机杂化结构蓝光发光材料,其特征在于:所述的封端有机分子,其结构如下:



其中, $\sim$ 为柔性或刚性的稳定无光学活性有机基团。

10. 根据权利要求 8 所述的一种有机无机杂化结构蓝光发光材料,其特征在于:所述的封端基团,其结构如下:



其中, $\sim$ 为柔性或刚性的稳定无光学活性有机基团。

11. 根据权利要求 1 所述的一种杂化结构蓝光发光材料,其特征在于:所述的基于倍半硅氧烷有机无机杂化的蓝光材料的发光峰波长在 $430\text{nm} \sim 480\text{nm}$ 之间,热失重 50% 的温度范围为 $450^\circ\text{C} \sim 480^\circ\text{C}$,熔点 $130 \sim 200^\circ\text{C}$ 。

12. 根据权利要求 1 所述的一种有机无机杂化结构蓝光发光材料的制备方法,包括:

(1)在 N_2 保护下,将末端功能倍半硅氧烷 POSS 与末端单官能发光分子按摩尔比 $1:n$ 投料,其中 $1 < n \leq 8$,或将末端功能倍半硅氧烷 POSS 与末端双官能发光分子按摩尔比 $1:n$,

其中 $1 < n \leq 4$, 以 CuI 为催化剂, CuI 用量为末端功能倍半硅氧烷 POSS 摩尔量的 0.5-10%, 选用 DMF 或 DMSO 作为溶剂, 溶剂用量以可溶性反应物为准, 1mol 反应物需 5ml-10ml 溶剂, 控制反应温度 20-70°C, 反应时间 8-24h, 未反应的功能倍半硅氧烷 POSS 末端通过带有相应功能末端的封端基团点击封端, 其中末端功能 POSS 与单官能封端分子的摩尔比为 1:8-n, $1 < n \leq 8$, 末端功能倍半硅氧烷 POSS 与双官能封端分子的摩尔比为 1:4-n, $1 < n \leq 4$, 得初产物;

或将末端功能倍半硅氧烷 POSS、末端单官能发光分子和带有相应功能末端的单官能封端基团按摩尔比 1:n:8-n 一次性投料, 其中 $1 < n \leq 8$, 或将末端功能倍半硅氧烷 POSS、末端双官能发光分子和带有相应功能末端的双官能封端基团按摩尔比 1:n:4-n 一次性投料, 其中 $1 < n \leq 4$, 以 CuI 为催化剂, CuI 用量为末端功能倍半硅氧烷 POSS 摩尔量的 0.5-10%, 选用 DMF 或 DMSO 作为溶剂, 溶剂用量以可溶性反应物为准, 1mol 反应物需 5ml-10ml 溶剂, 控制反应温度 20-70°C, 反应时间 8-24h, 得初产物;

(2) 将上述初产物过滤后, 依次用 CHCl_3 , MeOH, H_2O , THF, Et_2O 洗涤, 40°C 真空干燥 12 小时, 即得。

13. 一种如权利要求 1 所述的有机无机杂化结构蓝光发光材料应用于各种显示器、招牌、光学通信、室内装饰光源的制备。

一种有机无机杂化结构蓝光发光材料及其制备和应用

技术领域

[0001] 本发明属蓝光发光材料及其制备和应用领域,特别是涉及一种有机无机杂化结构蓝光发光材料及其制备和应用。

背景技术

[0002] 有机电致发光器件 (Organic Light-Emitting Device, OLED) 的出现给显示技术带来了一次巨大的冲击。与其它显示技术相比, OLED 具有视角宽、能耗低、响应速度快、超薄超轻,成型加工简便等显著优势,可以制备全固化薄膜器件,更可实现柔性显示,得到了人们的广泛关注和深入研究。

[0003] 在 OLED 的发展过程中为了实现全彩显示,蓝光材料至关重要。不仅因为它是实现全彩色显示的三基色之一,而且蓝光材料的能隙比较宽,有了蓝光就可以通过能量转移等方法实现红光和绿光。但在已经开发成功的有机电致发光材料中,蓝光材料品种较少。如美国专利 USP5516577 公开了一类芳基乙烯类化合物的有机电致发蓝光材料,代表化合物为 DPVBi,但该化合物的熔点低 (mp :204℃),限制了其应用范围。中国专利 CN1597669A 公开了一种发蓝光的 8-羟基喹啉铝及其制备方法。中国专利 CN1854116A 公开了一种将聚芴高度取向地分散在聚乙烯基体中的蓝光发射聚合物膜。中国专利 CN1451671A 公开了一种发蓝光的超支化共轭聚合物及其制备方法。中国专利 CN1818010A 公开了一种在聚亚芳基骨架中的基于吩噻嗪单元的蓝光电致发光聚合物。中国专利 CN1699315A 公开了一种二芴螺环蓝光发光材料。中国专利 CN1800298A 公开了一种将双茆并螺芴单元引入聚亚芳基聚合物骨架中的蓝光发射聚合物。中国专利 CN1908113A 公开了一种有机电致发蓝光的五元杂环联苯乙烯类化合物。尽管目前已经开发了化合物如二苯基蒽、四苯基丁二烯以及二苯烯基苯衍生物作为发蓝光物质,但他们的稳定性差,发光效率不高,发光颜色不纯,制得的发光器件寿命短暂。

[0004] 欲解决上述问题,获得性能优异的有机电致发蓝光材料,可通过有机无机杂化,不仅能够更好地揉合有机材料和无机材料的优点,使有机无机杂化材料不仅具有有机材料优异的加工性能、良好的韧性,同时还保留了无机材料耐热、耐氧化和优异的力学性能,而且可以有效减少有机分子的缔合,降低有机层和电极间的能量势垒,提高电子、空穴的注入效率,从而提高 OLED 器件的亮度、效率和寿命。

[0005] POSS 是近几年出现的一种新型纳米结构材料,其分子式可表示为 $(\text{RSiO}_{1.5})_n$ (n 一般可为 6, 8, 10, 12 等),具有笼型结构,是由硅和氧组成的刚性、结构确定的纳米级无机内核和通过共价键连接的有机基团 R 为外壳组成的杂化化合物。可通过化学方法在 POSS 多面体表面键合不同的反应性官能团,赋予 POSS 纳米粒子多功能性和高度反应性,使有机组分和无机组分在分子水平上结合。与一般的聚硅氧烷相比,笼型结构的 POSS 具有更好的耐热性、更低的表面能;相比于其它无机纳米粒子改性剂如纳米级粘土、二氧化硅、二氧化钛、碳酸钙等,笼形结构的 POSS 纳米微粒不仅具有合成工艺简单有效,表面结合力大、单分散性好、密度低、热稳定性好和不含微量金属杂质等优点。最关键的是,在 Si 顶点通过化学方

法引入有机基团,真正实现了有机无机在分子层面上的杂化,分散性好。此外,虽小分子有机发光材料较易提纯,但因高分子发光材料的特点,提纯较难,通过 POSS 的引入,可制得较易提纯的高分子材料。

[0006] 综上所述,POSS 作为一种新型结构的纳米粒子,正引起国内外科研工作者极大的关注。但目前研究大多局限在材料的力学性能和热性能等方面,对材料功能性的研究相对较少,所研究领域也有待进一步拓展,相关专利也较少。中国专利 CN1651438A 公开了一种具有有机金属络合物的基于聚倍半硅氧烷的化合物和使用它的有机电致发光器件。Xiao S. 等 (J. Pharm. Sci., 2002, 91 :2182) 制备了以 POSS 封端的 MEH-PPV-POSS、PFO-POSS 复合材料,在溶液或薄片中具有相同的光致发光光谱和电致发光光谱。Lin W. 等 (Macromolecules, 2004, 37 (7) :2335) 合成了一种星形杂化 PFO 材料,减少了分子聚集,明显改善了材料的热性能和荧光量子效率,但是反应路线及后处理较为复杂。Lee 等 (Macromol, 2004, 37 (23) :8523) 通过取代、醚化、硅氢加成等一系列反应制备了以 POSS 为侧基的有机无机杂化聚芴,所得器件的光电性能随 POSS 含量的增加而得到改善,尤其是电致发光的光色纯度得到较大提高。Jesse D. Froehlich 等 (Chem. Mater. 2007, 19 :4991) 报道了一种多功能的 POSS 有机无机杂化发光材料,有效改善了材料的热性能,但其发光基团在 POSS 上加入个数和杂化分子结构不可控制,获得的发光材料为发光基团个数不等的混合物,各基团之间的能量传递不可控制,结果发光纯度和发光波长很难控制。

[0007] 因此,本发明对功能 POSS 有机无机杂化蓝光材料进行了进一步的研究。

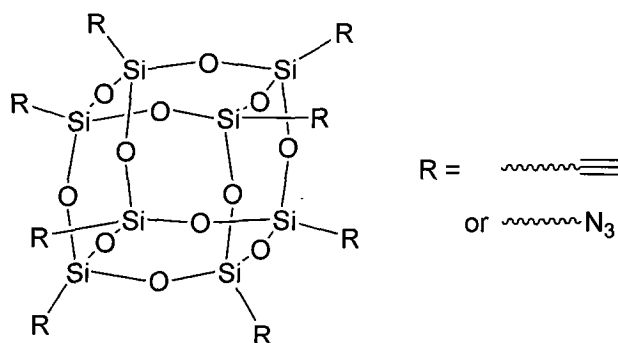
发明内容

[0008] 本发明所要解决的技术问题是提一种有机无机杂化结构蓝光发光材料及其制备和应用,本发明的有机无机杂化结构蓝光材料可实现有机发光基团个数的精确控制,从而实现对发光色纯度的有效调节;该制备工艺简单,原料来源方便,反应速度快,成本低,对环境友好。

[0009] 本发明的一种有机无机杂化结构蓝光发光材料,其组分包括:末端功能倍半硅氧烷 POSS 和末端单官能或双官能发光分子,其摩尔比为 1 : 1 ~ 8。

[0010] 所述的末端功能 POSS 为末端炔或末端叠氮功能 POSS,是在倍半硅氧笼形结构 (Si_8O_{12}) 的八个顶点 Si 原子上连接有八个进行点击化学反应的末端功能有机基团 R,其分子式为 $\text{R}_8\text{Si}_8\text{O}_{12}$,结构如下所示:

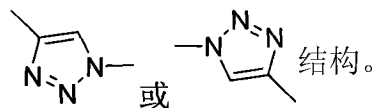
[0011]



[0012] 其中, --- 为烷基链或硅氧链。

[0013] 所述的点击化学反应为带有末端炔基的功能 POSS 与带有末端叠氮基的

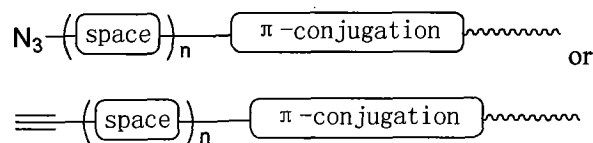
发光分子反应或带有末端叠氮基的功能 POSS 与带有末端炔的发光分子反应形成



[0014] 所述的末端单官能或双官能发光分子为末端叠氮或末端炔单官能发光分子或末端叠氮或末端炔双官能发光分子。

[0015] 所述的末端叠氮或末端炔单官能发光分子的结构如下：

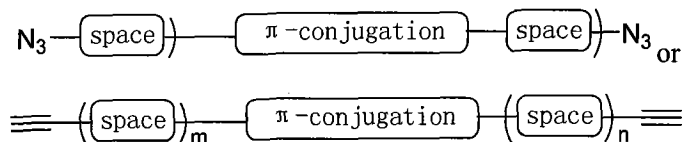
[0016]



[0017] 其中, $n = 0$ 或 1 , 为烷基链；

[0018] 所述的末端叠氮或末端炔双官能发光分子的结构如下：

[0019]

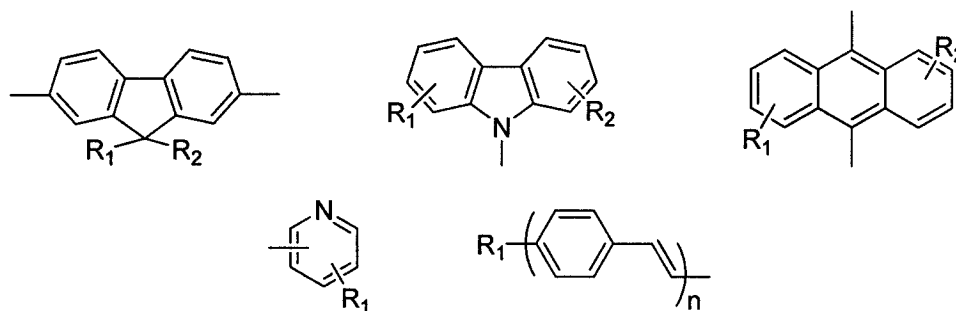


[0020] 其中, $m, n = 0$ 或 1 。

[0021] 所述的 space 为烷基、烷氧基、取代或未取代芳基、芳烷基、芳氧基、杂芳基、杂环烷基或酯基。

[0022] 所述的 π -conjugation 为茱萸类衍生物、吡啶类衍生物、蒽类衍生物、吡啶类衍生物或苯撑乙烯类衍生物等,其结构如下所示：

[0023]



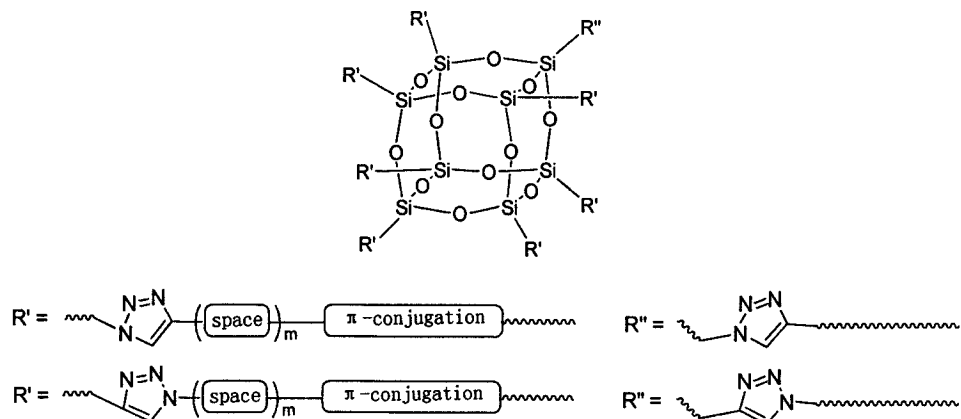
[0024] 其中, R_1 和 R_2 为氢原子、卤原子、氰基、氨基、烷基、烷氧基、取代或未取代芳基、芳烷基、芳氧基、杂芳环、环烷基或酯基。

[0025] 所述的有机无机杂化蓝光材料为基于倍半硅氧烷有机无机杂化的星形小分子蓝光材料或基于倍半硅氧烷有机无机杂化的网络形高分子蓝光材料。

[0026] 所述的有机无机杂化的星形小分子蓝光材料其组分包括末端功能倍半硅氧烷 (POSS)、末端单官能发光分子和末端单官能封端有机分子,其摩尔比为 $1 : n : 8-n$,分子通式为 $\text{R}'_n\text{R}''_{8-n}\text{Si}_8\text{O}_{12}$,其中 $n = 1 \sim 8$, R' 为有机发光小分子链, R'' 为封端有机分子链；

[0027] 以 $n = 7$,所述的基于倍半硅氧烷有机无机杂化的星形小分子蓝光材料的分子式为 $\text{R}'_7\text{R}''\text{Si}_8\text{O}_{12}$,其特征结构如下：

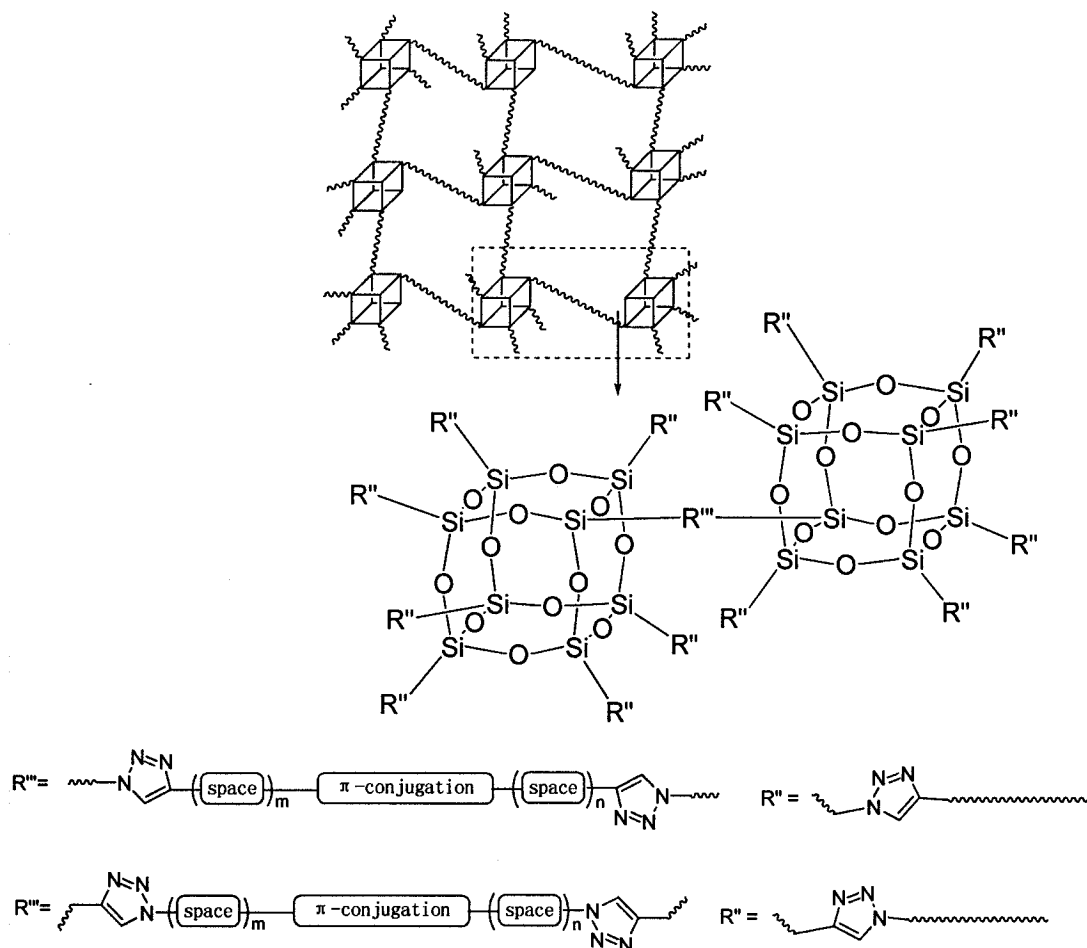
[0028]

[0029] 其中, $m = 0$ 或 1 , --- 为烷基链。

[0030] 所述的基于倍半硅氧烷有机无机杂化的网络形高分子蓝光材料其组分包括末端功能倍半硅氧烷 (POSS)、末端双官能发光分子和末端双官能封端基团;

[0031] 以 $x = 12$, $y = 48$, $z = 9$, 所述的基于倍半硅氧烷有机无机杂化的网络形高分子蓝光材料分子式为 $R'''_{12}R''_{48}(\text{Si}_8\text{O}_{12})_9$, 其特征结构如下:

[0032]

[0033] 其中, $m, n = 0$ 或 1 , --- 为烷基链。

[0034] 所述的封端有机分子, 其结构如下:

[0035]



[0036] 其中, ~~~~~为柔性或刚性的稳定无光学活性有机基团。

[0037] 所述的封端有机分子,其结构如下:

[0038]



[0039] 其中, ~~~~~为柔性或刚性的稳定无光学活性有机基团。

[0040] 所述的基于倍半硅氧烷有机无机杂化的蓝光材料的发光峰波长在 430nm ~ 480nm 之间,热失重 50% 的温度范围为 450℃ ~ 480℃,熔点 130 ~ 200℃。

[0041] 本发明的一种有机无机杂化结构蓝光发光材料的制备方法,包括:

[0042] (1) 在 N_2 保护下,将上述末端功能 POSS 与末端单官能发光分子按摩尔比 1 : n 投料,其中 $1 < n \leq 8$ 将末端功能 POSS 与末端双官能发光分子按摩尔比 1 : n,其中 $1 < n \leq 4$,以 CuI

[0043] 或将末端功能 POSS、末端单官能发光分子和带有相应功能末端的单官能封端基团按摩尔比 1 : n : 8-n 一次性投料,其中 $1 < n \leq 8$,或将末端功能 POSS、末端双官能发光分子和带有相应功能末端的双官能封端基团按摩尔比 1 : n : 4-n~8 一次性投料,其中 $1 < n \leq 4$ 以 CuI 为催化剂,CuI 用量为末端功能 POSS 摩尔量的 0.5-10%,选用 DMF 或 DMSO 作为溶剂,溶剂用量以可溶性反应物为准,1mol 反应物需 5ml-10ml 溶剂,控制反应温度 20~70℃,反应时间 8~24h,得初产物;

[0044] (2) 将上述初产物过滤后,依次用 CHCl_3 , MeOH, H_2O , THF, Et_2O 洗涤,40℃ 真空干燥 12 小时,即得。

[0045] 本发明的一种有机无机杂化结构蓝光发光材料可应用于各种显示器、招牌、光学通信、室内装饰光源等领域。

[0046] 本发明将各发蓝光基团通过 Heck 反应、Witting 反应、Sonogashira 反应、Wohl-Ziegler 反应等引入到末端带有炔基或叠氮的单体中,以获得单含有官能或双官能的发光分子,并且通过投料比的改变可精确控制有机发光基团的个数,进而对发光强度、色纯度进行有效调节。

[0047] 本发明采用的倍半硅氧烷含有 8 个功能基团,可与 8 个蓝光发光分子功能基团反应,当蓝光发光分子反应功能基团比例小于 8 时,为防止倍半硅氧烷分子上未反应基团进一步交联,提高材料的溶解性或稳定性,通常采用含有柔性或刚性链的有机分子封端(工艺过程同杂化材料制备)。

[0048] 有益效果:

[0049] (1) 本发明的有机无机杂化结构蓝光材料可实现有机发光基团个数的精确控制,从而实现对发光色纯度的有效调节;

[0050] (2) 该有机无机杂化结构蓝光材料具有热稳定性好,易加工成型,成膜性好,发光效率高,发光颜色纯,制得的发光器件寿命长等特点;

[0051] (3) 该制备工艺简单,原料来源方便,反应速度快,成本低,对环境友好。

附图说明

- [0052] 图 1 为实施例 1 所获得的产物在 THF 溶液中的荧光光谱图；
 [0053] 图 2 为实施例 1 所制得薄膜的电流密度 - 电压曲线图；
 [0054] 图 3 为实施例 1 所制得薄膜的效率 - 电压图；
 [0055] 图 4 为实施例 1 所制得薄膜的亮度 - 电压图；
 [0056] 图 5 为实施例 1 所制得产物的 TGA 曲线图。

具体实施方式

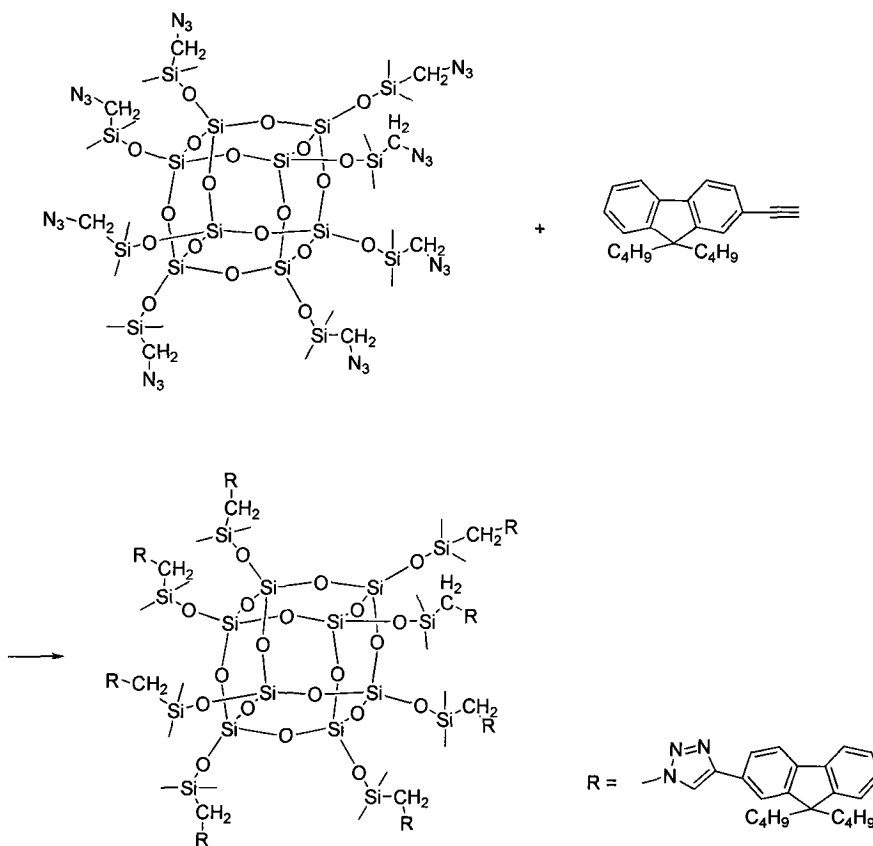
[0057] 下面结合具体实施例,进一步阐述本发明。应理解,这些实施例仅用于说明本发明而并不用于限制本发明的范围。此外应理解,在阅读了本发明讲授的内容之后,本领域技术人员可以对本发明作各种改动或修改,这些等价形式同样落于本申请所附权利要求书所限定的范围。

[0058] 实施例 1

[0059] 叠氮钠 POSS 与 2-炔-9,9-二丁基芴杂化材料

[0060] 将叠氮钠 POSS(14.58g 10mmol)、2-炔-9,9-二丁基芴 (28.56g 80mmol) 和 CuI (0.19g1mmol) 加入到三口烧瓶中,在 N_2 氛围下加入 DMF10ml,室温搅拌 12 小时。初产物过滤后,依次用 $CHCl_3$, MeOH, H_2O , THF, Et_2O 洗涤,40℃真空干燥 12 小时。产物分子式为: $(C_{26}SiN_3OH_{34})_8Si_8O_{12}$,产率 95%,发光峰波长:450nm。其 THF 溶液荧光光谱见说明书附图 1,由其旋涂制得薄膜的电流密度 - 电压曲线、效率 - 电压、亮度 - 电压如图 2 ~ 图 4 所示,TGA 曲线如图 5 所示。

[0061]



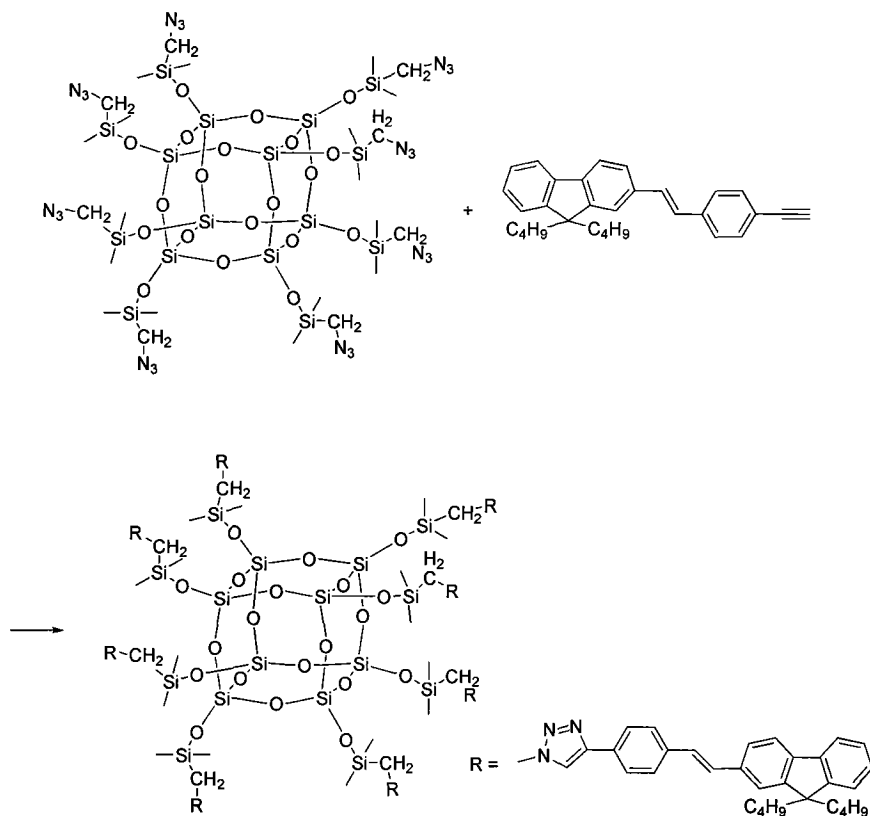
[0062] 实施例 2

[0063] 叠氮钠 POSS 与 2-(4-炔基苯乙烯)-9,9-二丁基芴杂化材料

[0064] 将叠氮钠 POSS(14.58g 10mmol)、2-(4-炔基苯乙烯)-9,9-二丁基芴 (32.37g 80mmol) 和 CuI(0.19g 1mmol) 加入到三口烧瓶中,在 N_2 氛围下加入 DMF10ml,室温搅拌 12 小时。

[0065] 产物分子式为: $(C_{34}SiN_3OH_{40})_8Si_8O_{12}$,初产物过滤后,依次用 $CHCl_3$, MeOH, H_2O , THF, Et_2O 洗涤,40℃真空干燥 12 小时。产率 95%,发光峰波长:460nm。

[0066]



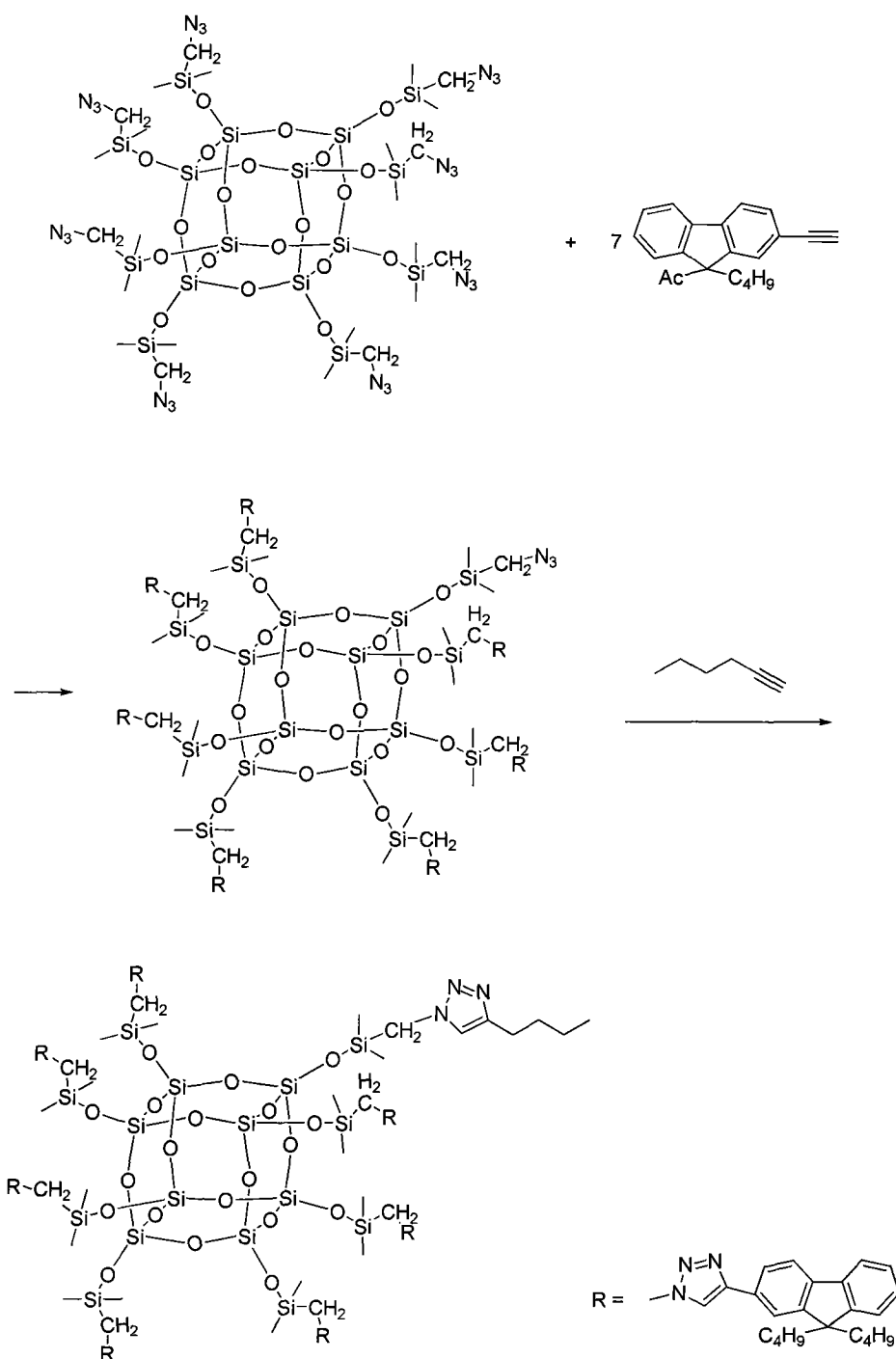
[0067] 实施例 3

[0068] 叠氮钠 POSS 与 2-炔-9,9-二丁基芴杂化,正己炔封端材料

[0069] 将叠氮钠 POSS(14.58g 10mmol)、2-炔-9,9-二丁基芴 (24.99g 70mmol) 和 CuI(0.19g1mmol) 加入到三口烧瓶中,在 N_2 氛围下加入 DMF10ml,室温搅拌 12 小时后,再加入正己炔 (0.82g 10mmol) 点击封端,继续反应 12 小时。

[0070] 产物分子式为: $(C_{26}SiN_3OH_{34})_7(C_9SiN_3OH_{18})Si_8O_{12}$,初产物过滤后,依次用 $CHCl_3$, MeOH, H_2O , THF, Et_2O 洗涤,40℃真空干燥 12 小时。产率 94%,发光峰波长:450nm。

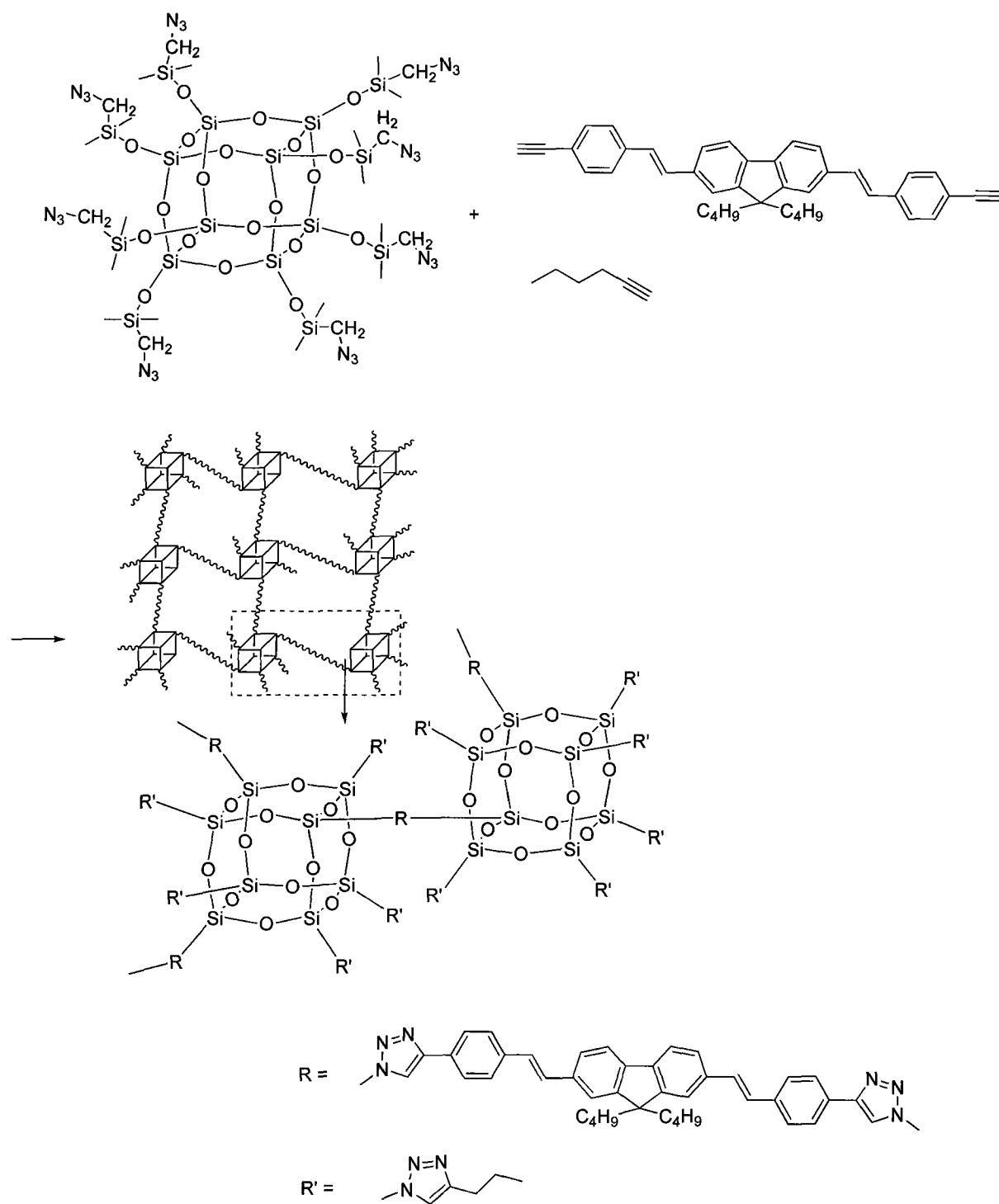
[0071]



[0072] 实施例 4

[0073] 将叠氮钠 POSS(139.32g 90mmol)、2-(4-炔基苯乙烯)-9,9-二丁基芴 (48.56g 120mmol)、正己炔 (39.36g 480mmol) 和 CuI (1.71g 9mmol) 加入到三口烧瓶中, 在 N_2 氛围下加入 DMF 10ml, 室温搅拌 12 小时。初产物过滤后, 依次用 CHCl_3 , MeOH, H_2O , THF, Et_2O 洗涤, 40℃ 真空干燥 12 小时。产物分子式为: $(\text{C}_{47}\text{Si}_2\text{N}_6\text{O}_{25}\text{H}_{54})_{12}(\text{C}_9\text{SiN}_3\text{O}_{18})_{48}(\text{Si}_8\text{O}_{12})_9$ 产率 92%, 发光峰波长: 470nm。

[0074]



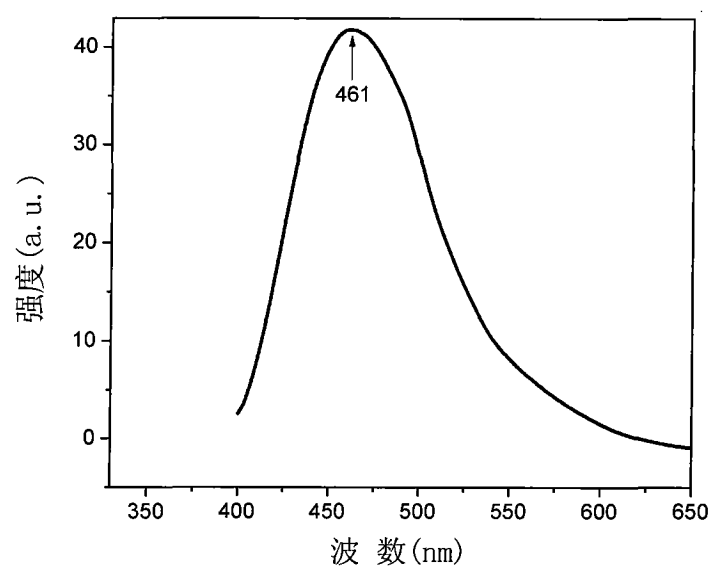


图 1

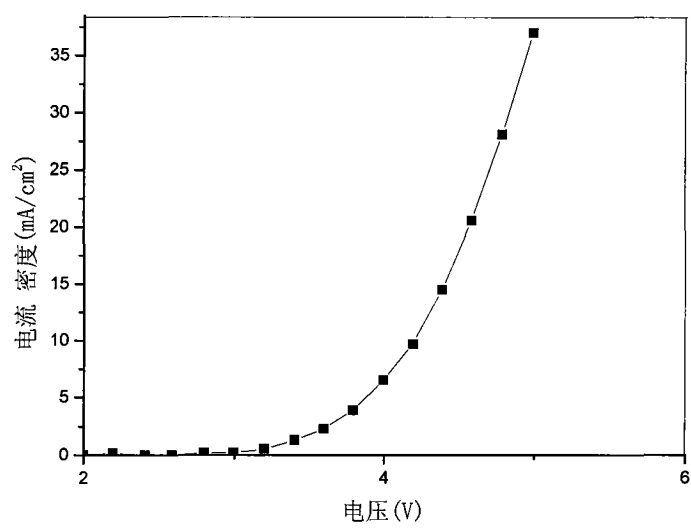


图 2

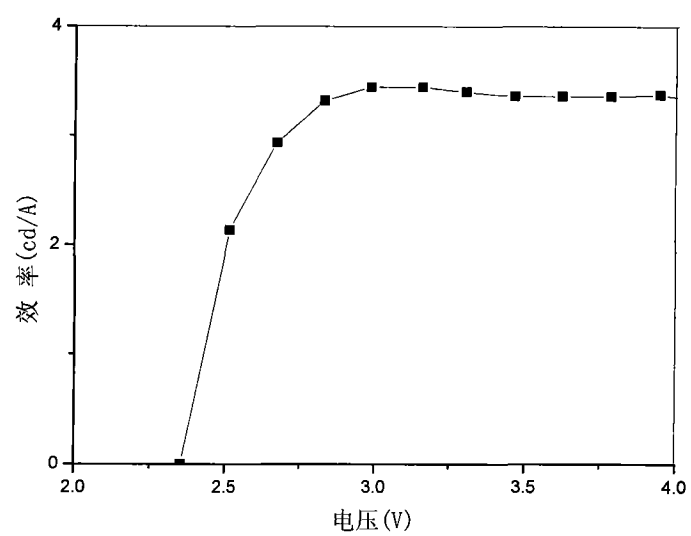


图 3

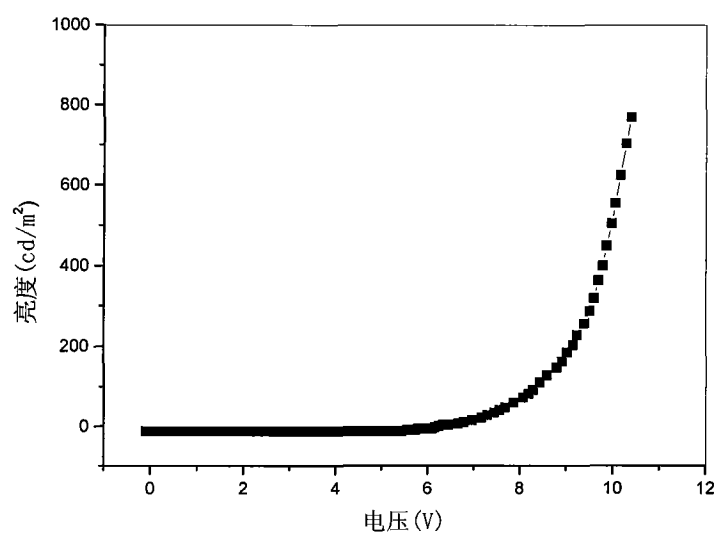


图 4

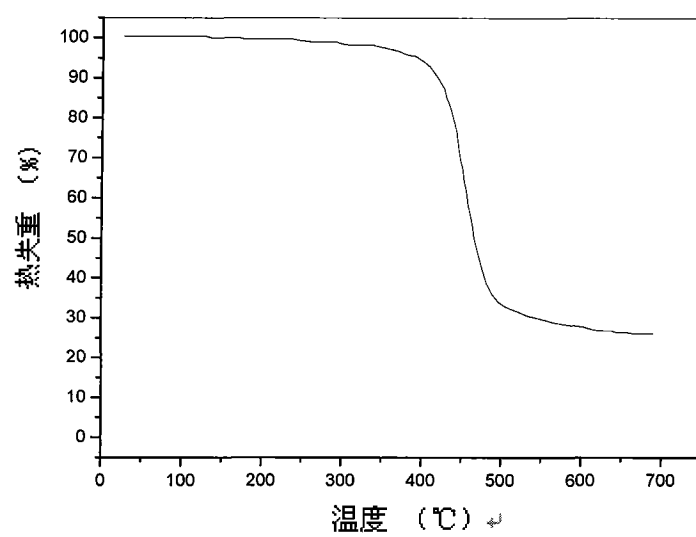


图 5

专利名称(译)	一种有机无机杂化结构蓝光发光材料及其制备和应用		
公开(公告)号	CN101575505B	公开(公告)日	2013-04-10
申请号	CN200910047742.9	申请日	2009-03-18
[标]申请(专利权)人(译)	东华大学		
申请(专利权)人(译)	东华大学		
当前申请(专利权)人(译)	东华大学		
[标]发明人	徐洪耀 诸亚堃 林乃波 光善仪		
发明人	徐洪耀 诸亚堃 林乃波 光善仪		
IPC分类号	C09K11/06		
代理人(译)	黄志达 谢文凯		
审查员(译)	胡晓珊		
其他公开文献	CN101575505A		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

本发明涉及一种有机无机杂化结构蓝光发光材料，其组分包括：末端功能倍半硅氧烷POSS和末端单官能或双官能发光分子，其摩尔比为1:1~8；其制备包括：在N₂保护下，将末端功能POSS与发光分子按摩尔比1:1~8投料，以CuI为催化剂，选用DMF或DMSO作为溶剂，控制反应温度20~70℃，反应8~24h，过滤，用CHCl₃，MeOH，H₂O，THF，Et₂O洗涤，真空干燥，即得；该蓝光材料应用于各种显示器、光学通信、室内装饰光源的制备领域。本发明的蓝光材料可实现有机发光基团个数的精确控制，从而实现对发光色纯度的有效调节；该制备工艺简单，反应速度快，对环境友好。

