

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C09K 11/06 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200610018736.7

[45] 授权公告日 2008 年 4 月 9 日

[11] 授权公告号 CN 100379836C

[22] 申请日 2006.4.10

[21] 申请号 200610018736.7

[73] 专利权人 武汉大学

地址 430072 湖北省武汉市武昌珞珈山

[72] 发明人 詹才茂 陈知远 白卫斌

[56] 参考文献

CN1438254A 2003.8.27

CN1587342A 2005.3.2

CN1637112A 2005.7.13

JP2004143426A 2004.5.20

发蓝光材料聚烷基芴的合成和性能研究.
刘承美等. 高分子学报, 第 5 期. 2003

新型电致发光材料聚芴及其共聚物的合成、结构与性能. 刘林等. 广州化工, 第 32 卷第 4 期. 2004

审查员 高志纯

[74] 专利代理机构 武汉天力专利事务所

代理人 程祥 冯卫平

权利要求书 1 页 说明书 7 页

[54] 发明名称

一种绿光发射材料聚烷基芴的制备方法

[57] 摘要

本发明涉及一种绿光发射材料聚烷基芴的制备方法, 按氧化剂用量为单体摩尔量的 1 至 4 倍的比例, 将单体二烷基芴与氧化剂无水 FeCl_3 在 0°C 至 35°C 下固相研磨反应 30 至 60 分钟后, 提纯、干燥得到绿光发射材料聚烷基芴。本发明以芴环上的活性氢为反应官能团实现聚合反应, 不须在单体上引入双官能团, 省去了制备单体的复杂反应步骤, 使得材料的制备步骤简化; 由一步反应直接得到绿光发射材料, 省去了共聚合反应步骤; 避免了采用钼络合物等贵金属或硼酸酯等试剂, 降低了成本。本发明反应时间短, 生产效率高; 所得到的聚合物有良好的区位规整性; 不使用硝基苯、氯仿等有毒有机溶剂, 减少了环境污染, 是一项环境友好的绿色化学技术。

1. 一种绿光发射材料聚烷基芴的制备方法，按氧化剂用量为单体摩尔量的1至4倍的比例，将单体二烷基芴与氧化剂无水 FeCl_3 在 0°C 至 35°C 下固相研磨反应30至60分钟后，提纯、干燥得到绿光发射材料聚烷基芴。
2. 根据权利要求1所述的制备方法，其特征是：二烷基芴中的烷基为二至十六个碳原子的烷基。
3. 根据权利要求1或2所述的制备方法，其特征是：提纯方法为反应产物先用水、醇、或稀盐酸洗涤以除去催化剂和未反应完的单体，干燥后溶于有机溶剂中，然后在醇类溶剂中沉淀聚合物；再用甲醇或乙醇抽提。
4. 根据权利要求3所述的制备方法，其特征是：洗涤反应产物的醇为甲醇或乙醇。
5. 根据权利要求3所述的制备方法，其特征是：稀盐酸的浓度为1—4.5摩尔/升。
6. 根据权利要求3所述的制备方法，其特征是：有机溶剂为氯仿、四氢呋喃、甲苯、二甲苯或二氯甲烷，醇类溶剂为甲醇或乙醇。

一种绿光发射材料聚烷基芴的制备方法

技术领域

本发明涉及一类主链由二烷基芴聚合而成的绿光发射材料的制备方法，属于有机高分子光电功能材料领域，或有机导体、有机半导体领域。特别是涉及作为有机电致发光器件中的活性发光层和有机薄膜晶体管中的有机半导体材料。

背景技术

自从 1990 年 Burroughes 等第一个报道了基于苯乙炔共轭聚合物的电致发光器件以来，共轭聚合物由于其潜在的可用于超薄、柔性、大面积、多色显示，而且在制作电致发光器件的工艺上具有操作简单，易于工业化的优点，已成为目前平板显示领域研究的热点。其中，聚芴类材料由于其良好的光学特性和高的发光效率，良好的加工性以及光和热稳定性，在有机半导体薄膜晶体管、有机电致发光显示器件及信息技术等方面有广阔的应用前景。特别是在有机电致发光显示器件中作聚合物薄膜发光层，具有低压直流电压驱动、超薄、全固化等优点。为了满足制造器件的工艺要求，聚合物必须溶于有机溶剂，因此通常在芴环的 9-碳原子上引入助溶基团，如烷基、烷氧基等。中国专利 CN200410011311.4 报道了用 Yamamoto 方法合成了具有高荧光量子效率的蓝光或蓝绿光分子分散型蓝色电致发光高分子材料。中国专利 CN1438254A，CN1587342A 也用此方法合成了具有良好的蓝色发光的芴的寡聚物和共聚物。这些方法需要在单体上引入双官能团，反应步骤复杂；还要使用钼等昂贵金属或硼酸酯等试剂，成本高，批量生产困难。传统的氧化偶联聚合方法在氯仿中用无水 FeCl_3 氧化聚合烷基芴，方法简便，但产物的区位规整性不好。

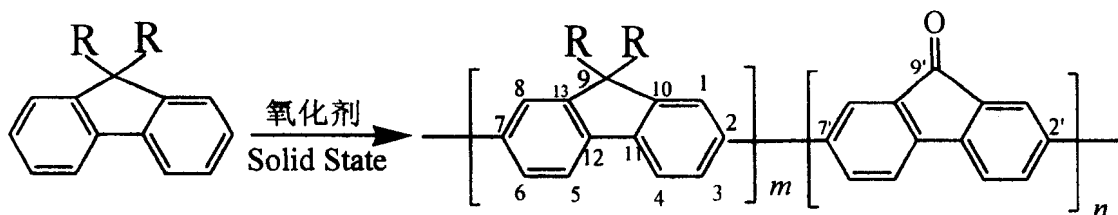
本发明在无溶剂条件下操作芴的聚合反应，克服了传统的氧化偶联聚合方法的缺点，得到的产品具有良好的区位规整性，即聚合物的链结构由 2, 7-位连接的芴单元组成。而且，由于聚烷基芴在聚合和处理过程中发生氧化反应生成少量的芴酮单元，它的能隙低于烷基芴单元，当它与单线态芴单元相互作用，发生能量转移生成单线态芴酮单元，发射绿光回到基态。基态的芴酮单元可以被重新激发到单线态，再发射绿光回到基态，因此少量的芴酮单元就足以使聚合物成为绿光发射材料；而过多的芴酮则会降低材料的发光效率。这样，不需要经过共聚合反应引入绿光发色团，只需一步反应就可得到具有绿色发光特性和较高发光效率的聚合物材料。

发明内容

本发明的目的是提供一种绿光发射材料聚烷基芴的制备方法，本方法制备路线简捷，容易批量生产，聚合物具有良好区位规整性结构和更好的性能。这种共轭聚合物可以用于制造电致发光器件、有机薄膜晶体管和其它光电转换器件。

为实现上述目的本发明所采取的技术方案是：

二烷基芴通过固态氧化偶联聚合反应一步合成共轭聚合物，通式为：



式中，R 代表二至十六个碳原子的烷基，聚合物为 9,9-二烷基芴与芴酮的共聚物—聚(9,9-二烷基芴-co-芴酮)， $m/n=200/1-20/1$ ，分子量 5000-20000。该产物实际上是芴酮与烷基芴的共聚物，由于其芴酮链节含量很低，而且是以烷基芴聚合得到的产物，故仍然称其为聚烷基芴。

上述共轭聚合物的制备方法：

本发明由二烷基芴在固态、三氯化铁存在下经氧化偶联聚合反应得到聚(9,9-二烷基芴-co-芴酮)。具体方法如下：

按氧化剂用量为单体摩尔量的 1 至 4 倍的比例，将单体二烷基芴与氧化剂无水 $FeCl_3$ 在 $0^{\circ}C$ 至 $35^{\circ}C$ 下固相研磨反应 30 至 60 分钟后，提纯、干燥得到绿光发射材料聚烷基芴。

根据本发明的技术方案，所述的反应条件为固相，不需要任何溶剂参加，由单体直接与催化剂作用。所述的单体为具有二至十六个碳原子烷基的二烷基芴。所述的反应器为研钵或球磨机。

提纯方法为反应产物先用水、醇、或稀盐酸洗涤以除去催化剂和未反应完的单体，干燥后溶于有机溶剂中，然后在醇类溶剂中沉淀聚合物；再用甲醇或乙醇抽提。

其中稀盐酸的浓度为 1—4.5M/L，醇为甲醇或乙醇。

有机溶剂为氯仿、四氢呋喃、甲苯、二甲苯或二氯甲烷，醇类溶剂为甲醇或乙醇。

本发明制得的聚烷基芴能溶于普通溶剂如氯仿，四氢呋喃，甲苯，二甲苯，二氯甲烷等。固体膜状态下吸收波长为 396 纳米，发光波长峰值在 541 纳米左右，为绿光发射。分解温度 $>400^{\circ}C$ ，可用于制造电致发光器件、光致发光器件、有机半导体薄膜晶体管及其它光电转换器件和产品。

本发明与现有技术相比具有的有益效果：

1. 本发明由一步反应直接得到绿光发射材料。省去了共聚合反应步骤。
2. 本发明以芴环上的活性氢为反应官能团实现聚合反应，与其它聚合方法相比，不用在单体上引入双官能团，省去了制备单体的复杂反应步骤，使得材料的制备步骤简化；避免了采用钨络合物等昂贵金属或硼酸酯等试剂，降低了成本。
3. 本发明与传统的氧化偶联技术相比，制备技术简化，产品质量都有了显著的提高，具有以下有益效果：

a. 本发明所得到的聚合物有良好的区位规整性，即聚对苯结构；而通常由氧化偶联

法合成的聚二烷基芴的区位规整性 (regioregularity) 不好, 在形成芴环的 2, 7'-位链接的同时生成聚间苯结构或交联聚合物, 影响材料的性能。

b. 不使用溶剂, 减少了环境污染, 是一项环境友好的绿色化学技术。

c. 使聚合反应时间大大缩短, 仅需 30—60 分钟, 使生产效率大大提高。传统的溶液反应的时间一般需要 48 至 72 小时。

具体实施方式

以下结合具体的实施例对本发明的技术方案作进一步的说明:

实施例 1:

称取 0.67 克 9, 9-二己基芴与 0.33 克无水三氯化铁放入研钵中混合均匀, 20℃下研磨。研磨 20 分钟后, 再加入 0.33 克无水三氯化铁继续研磨。20 分钟后, 再次加入 0.33 克无水三氯化铁研磨。总共研磨 1 小时后停止反应。用工业甲醇洗涤研钵中的产物, 用离心的方式将固液分离, 以除去氯化铁与未反应的单体。经多次洗涤后, 将产品放恒温烘箱 (50℃) 中干燥。烘干后, 用少量的氯仿将产物完全溶解, 加入体积四至五倍于氯仿量的甲醇将聚合物沉淀下来, 再次进行离心以使固液分离。再把固体产品在索氏提取器中用甲醇抽提 24 小时以使残留的三氯化铁量降到十万分之一以下。收集抽提后的聚合物产品, 放恒温烘箱 (50℃) 干燥后, 得到产品 0.23 克, 产率 34.8%。GPC 测试得到 $M_n=5.0 \times 10^3$, $M_w=8.0 \times 10^3$ (以聚苯乙烯为标样)。

经 300 兆核磁共振分析。核磁共振碳谱分析结果: 位于 151.96, 121.70 和 120.18 ppm 处的峰分别为芴环上 C-10(13), C-1(8), 和 C-4(5), 位于 140.68, 140.17 和 126.35 ppm 的峰分别为芴环上 C-11(12), C-3(6), 和 C-2(7)。除此之外并无其它峰形出现。芳香环的碳谱峰型简洁表明了聚合物在 2, 7-位的规整的连接结构。傅立叶变换红外图谱有位于波数 882cm^{-1} 和 815cm^{-1} 两处的吸收峰, 当为 1, 2, 4-三取代苯的红外吸收, 是聚合物主链上苯环以对位链接的标志。傅立叶变换红外图谱上还可以观察到位于 1720cm^{-1} 的吸收峰, 这标志着聚合物主链上有芴酮结构产生。芴酮链节含量为 3%, 即聚合物产生绿光发射的原因所在。该聚合物有良好的区位规整性结构。产品经氯仿完全溶解后旋涂成膜, 荧光分析显示其发射峰值约 541 纳米, 为绿光发射材料。

实施例 2:

称取 0.56 克二丁基芴与 0.33 克无水三氯化铁放入研钵中混合均匀, 20℃下研磨。研磨 20 分钟后, 再加入 0.33 克无水三氯化铁并与原反应物混匀, 继续研磨。20 分钟后, 再次加入 0.33 克无水三氯化铁后, 研磨。总共研磨 1 小时后停止反应。用工业乙醇洗涤研钵中的产物, 用离心的方式将固液分离, 以除去氯化铁与未反应的单体。经多次洗涤后, 将产品放恒温烘箱 (50℃) 中干燥。烘干后, 用少量的氯仿将产物完全溶解, 加入体积四至五倍于氯仿量的乙醇将聚合物沉淀下来, 再次进行离心以使固液分离。固体产

品再在索氏提取器中用甲醇抽提 24 小时以使残留的三氯化铁量降到十万分之一以下。收集抽提后的聚合物产品，放恒温烘箱（50℃）干燥后，得到产品 0.20 克，产率 36%。GPC 测试得到 $M_n=7.2 \times 10^3$, $M_w=8.6 \times 10^3$ (以聚苯乙烯为标样)。产品经 300 兆核磁共振分析，傅立叶红外图谱分析，证明含有茱酮结构，茱酮链节含量为 4%；茱环链接方式为 2, 7-位连接，该聚合物有良好的区位规整性结构。产品经氯仿完全溶解后旋涂镀膜，荧光测试表明产物为绿光发射材料。

实施例 3:

称取 0.44 克二乙基茱与 0.33 克无水三氯化铁放入研钵中混合均匀，20℃下研磨。研磨 20 分钟后，再次加入 0.33 克无水三氯化铁并与原反应物混匀，继续研磨 20 分钟后，再次加入 0.33 克无水三氯化铁后，研磨。总共研磨 1 小时后停止反应。用工业乙醇洗涤研钵中的产物，用离心的方式将固液分离，以除去氯化铁与未反应的单体。经多次洗涤后，将产品放恒温烘箱（50℃）中干燥。烘干后，用少量的四氢呋喃将产物完全溶解，加入体积四至五倍于四氢呋喃量的乙醇将聚合物沉淀下来，再次进行离心以使固液分离。固体产品再在索氏提取器中用甲醇抽提 24 小时以使残留的三氯化铁量降到十万分之一以下。收集抽提后的聚合物产品，放恒温烘箱（50℃）干燥后，得到产品 0.16 克，产率 36%。产品经 300 兆核磁共振分析，傅立叶红外图谱分析，证明该聚合物含有茱酮结构，茱酮链节含量为 3%；茱环链接方式为 2, 7-位连接，该聚合物有良好的区位规整性结构。产品经氯仿完全溶解后旋涂镀膜，荧光测试表明产物为绿光发射材料。

实施例 4:

称取 0.67 克二己基茱与 0.33 克无水三氯化铁放入研钵中混合均匀，30℃下研磨。研磨 20 分钟后，再次加入 0.33 克无水三氯化铁并与原反应物混匀，继续研磨 20 分钟后，加入 0.33 克无水三氯化铁后，研磨。总共研磨 1 小时后停止反应。用甲醇洗涤研钵中的产物，用离心的方法将固液分离，以除去氯化铁与未反应的单体。经多次洗涤后，将产品放恒温烘箱（50℃）中干燥。烘干后，用少量的甲苯将产物完全溶解，加入体积四至五倍于甲苯量的甲醇将聚合物沉淀下来，再次进行离心以使固液分离。固体产品再在索氏提取器中用甲醇抽提 24 小时以使残留的三氯化铁量降到十万分之一以下。收集抽提后的聚合物产品，放恒温烘箱（50℃）干燥后，得到产品 0.25 克，产率 37%。GPC 测试得到 $M_n=0.8 \times 10^3$, $M_w=1.04 \times 10^4$ (以聚苯乙烯为标样)。产品经 300 兆核磁共振分析，傅立叶红外图谱分析，证明该聚合物含有茱酮结构，茱酮链节含量在 3—4%；茱环链接方式为 2, 7'-位连接，该聚合物有良好的区位规整性结构。产品经氯仿完全溶解后旋涂镀膜，荧光测试表明产物为绿光发射材料。

实施例 5:

称取 0.44 克二乙基茱与 0.43 克无水三氯化铁放入研钵中混合均匀, 0℃下研磨。研磨 15 分钟后, 再次加入 0.43 克无水三氯化铁并与原反应物混匀, 继续研磨。15 分钟后, 再次加入 0.43 克无水三氯化铁, 继续研磨。总共研磨 45 分钟后停止反应。用 15% 盐酸洗涤研钵中的产物, 用离心的方式将固液分离, 以除去氯化铁与未反应的单体。经多次洗涤后, 将产品放恒温烘箱 (50℃) 中干燥。烘干后, 用少量的甲苯将产物完全溶解, 加入体积四至五倍于甲苯量的乙醇将聚合物沉淀下来, 再次进行离心以使固液分离。固体产品再在索氏提取器中用甲醇抽提 24 小时以使残留的三氯化铁量降到十万分之一以下。收集抽提后的聚合物产品, 放恒温烘箱 (50℃) 干燥后, 得到产品 0.14 克, 产率 33%。产品经 300 兆核磁共振分析, 傅立叶红外图谱分析, 证明聚合物含有茱酮结构, 茱酮链节含量约在 0.5%; 茱环链接方式为 2, 7-位连接, 该聚合物有良好的区位规整性结构。产品经氯仿完全溶解后旋涂镀膜, 荧光测试表明产物为绿光发射材料。

实施例 6:

称取 0.67 克二己基茱与 0.33 克无水三氯化铁放入研钵中混合均匀, 10℃下研磨。研磨 20 分钟后, 再次加入 0.33 克无水三氯化铁并与原反应物混匀, 继续研磨。20 分钟后, 加入 0.33 克无水三氯化铁后, 研磨。总共研磨 1 小时后停止反应。用 10% 盐酸洗涤研钵中的产物, 用离心的方式将固液分离, 以除去氯化铁与未反应的单体。经多次洗涤后, 将产品放恒温烘箱 (50℃) 中干燥。烘干后, 用少量的二氯甲烷将产物完全溶解, 加入体积四至五倍于二氯甲烷量的乙醇将聚合物沉淀下来, 再次进行离心以使固液分离。固体产品再在索氏提取器中用甲醇抽提 24 小时以使残留的三氯化铁量降到十万分之一以下。收集抽提后的聚合物产品, 放恒温烘箱 (50℃) 干燥后, 得到产品 0.20 克, 产率 30%。GPC 测试得到 $M_n=5.2 \times 10^3$, $M_w=7.8 \times 10^3$ (以聚苯乙烯为标样)。产品经 300 兆核磁共振分析, 傅立叶红外图谱分析, 证明茱环链接方式为 2, 7-位连接, 该聚合物有良好的区位规整性结构。产品经氯仿完全溶解后旋涂镀膜, 荧光测试表明产物为绿光发射材料。

实施例 7:

称取 6.7 克二己基茱与 9.8 克无水三氯化铁放入球磨机中混合均匀, 20℃下研磨 1 小时后停止反应。用甲醇洗涤研钵中的产物, 用离心的方法将固液分离, 以除去氯化铁与未反应的单体。经多次洗涤后, 将产品放恒温烘箱 (50℃) 中干燥。烘干后, 用少量的二氯甲烷将产物完全溶解, 加入体积四至五倍于氯仿量的甲醇将聚合物沉淀下来, 再次进行离心以使固液分离。固体产品再在索氏提取器中用甲醇抽提 24 小时以使残留的三氯化铁量降到十万分之一以下。收集抽提后的聚合物产品, 放恒温烘箱 (50℃) 干燥后, 得到产品 2.7 克, 产率 40%。GPC 测试得到 $M_n=0.7 \times 10^3$, $M_w=1.0 \times 10^4$ (以聚苯乙烯为标样)。

产品经 300 兆核磁共振分析，傅立叶红外图谱分析，证明聚合物含有茱酮结构，茱酮链节含量约在 2%；茱环链接方式为 2, 7-位连接，该聚合物有良好的区位规整性结构。产品经氯仿完全溶解后旋涂镀膜，荧光测试表明产物为绿光发材料射。

实施例 8:

称取 0.67 克二己基茱与 0.33 克无水三氯化铁放入研钵中混合均匀，35℃下研磨。研磨 10 分钟后，再次加入 0.33 克无水三氯化铁继续研磨。总共研磨 0.5 小时后停止反应。用乙醇洗涤研钵中的产物，用离心的方式将固液分离，以除去氯化铁与未反应的单体。经多次洗涤后，将产品放恒温烘箱（50℃）中干燥。烘干后，用少量的氯仿将产物完全溶解，加入体积四至五倍于氯仿量的乙醇将聚合物沉淀下来，再次进行离心以使固液分离。固体产品再在索氏提取器中用甲醇抽提 24 小时以使残留的三氯化铁量降到十万分之一以下。收集抽提后的聚合物产品，放恒温烘箱（50℃）干燥后，得到产品 0.20 克，产率 30%。GPC 测试得到 $M_n=1.5 \times 10^4$, $M_w=1.9 \times 10^4$ (以聚苯乙烯为标样)。产品经 300 兆核磁共振分析，傅立叶红外图谱分析，证明含有茱酮结构，茱酮链节含量约在 5%；茱环链接方式为 2, 7-位连接，该聚合物有良好的区位规整性结构。产品经氯仿完全溶解后旋涂镀膜，荧光测试表明产物为绿光发射材料。

实施例 9:

称取 0.78 克二辛基茱与 0.33 克无水三氯化铁放入研钵中混合均匀，30℃下研磨。研磨 20 分钟后，用钢钎刮下研钵中的固体，然后再次加入 0.33 克无水三氯化铁继续研磨。20 分钟后，再次刮下研钵中的固体，加入 0.33 克无水三氯化铁后，研磨。总共研磨 1 小时后停止反应。用 5% 盐酸洗涤研钵中的产物，用离心的方式将固液分离，以除去氯化铁与未反应的单体。经多次洗涤后，将产品放恒温烘箱（50℃）中干燥。烘干后，用少量的氯仿将产物完全溶解，加入体积四至五倍于氯仿量的乙醇将聚合物沉淀下来，再次进行离心以使固液分离。固体产品再在索氏提取器中用甲醇抽提 24 小时以使残留的三氯化铁量降到十万分之一以下。收集抽提后的聚合物产品，放恒温烘箱（50℃）干燥后，得到产品 0.28 克，产率 36%。GPC 测试得到 $M_n=1.1 \times 10^4$, $M_w=1.4 \times 10^4$ (以聚苯乙烯为标样)。产品经 300 兆核磁共振分析，傅立叶红外图谱分析，证明聚合物含有茱酮结构，茱酮链节含量在 3%左右；茱环链接方式为 2, 7-位连接，该聚合物有良好的区位规整性结构。产品经氯仿完全溶解后旋涂镀膜，荧光测试表明产物为绿光发射材料。

实施例 10:

称取 1.00 克 9, 9 双十二烷基茱与 0.22 克无水三氯化铁放入研钵中混合均匀，20℃下研磨。研磨 20 分钟后，再次加入 0.22 克无水三氯化铁继续研磨。20 分钟后，再次加

入 0.22 克无水三氯化铁后，研磨。总共研磨 1 小时后停止反应。用乙醇洗涤研钵中的产物，用离心的方式将固液分离，以除去氯化铁与未反应的单体。经多次洗涤后，将产品放恒温烘箱（50℃）中干燥。烘干后，用少量的氯仿将产物完全溶解，加入体积四至五倍于氯仿量的乙醇将聚合物沉淀下来，再次进行离心以使固液分离。固体产品再在索氏提取器中用甲醇抽提 24 小时以使残留的三氯化铁量降到十万分之一以下。收集抽提后的聚合物产品，放恒温烘箱（50℃）干燥后，得到产品 0.15 克，产率 15%。GPC 测试得到 $M_n=1.6 \times 10^4$, $M_w=1.94 \times 10^4$ (以聚苯乙烯为标样)。产品经 300 兆核磁共振分析，傅立叶红外图谱分析，证明该聚合物含有茱酮结构，茱酮链节含量约在 2%；茱环连接方式为除 2, 7-位连接以外，还有少量的 3, 6-位连接产物，该聚合物有较好的区位规整性结构。产品经氯仿完全溶解后旋涂镀膜，荧光测试表明产物为绿光发射材料。

实施例 11:

称取 1.23 克 9, 9 双十六烷茱与 0.43 克无水三氯化铁放入研钵中混合均匀，20℃下研磨。研磨 20 分钟后，再次加入 0.43 克无水三氯化铁继续研磨。20 分钟后，再次加入 0.43 克无水三氯化铁后，研磨。总共研磨 1 小时后停止反应。用 3.5% 的盐酸洗涤研钵中的产物，用离心的方式将固液分离，以除去氯化铁与未反应的单体。经多次洗涤后，将产品放恒温烘箱（50℃）中干燥。烘干后，用少量的氯仿将产物完全溶解，加入体积四至五倍于氯仿量的甲醇将聚合物沉淀下来，再次进行离心以使固液分离。固体产品再在索氏提取器中用甲醇抽提 24 小时以使残留的三氯化铁量降到十万分之一以下。收集抽提后的聚合物产品，放恒温烘箱（50℃）干燥后，得到产品 0.44 克，产率 36%。产品经 300 兆核磁共振分析，傅立叶红外图谱分析，证明该聚合物含有茱酮结构，茱酮链节含量约在 3%；茱环连接方式为除 2, 7-位连接以外，还有少量的 3, 6-位连接产物，该聚合物的区位规整性较好。产品经氯仿完全溶解后旋涂镀膜，荧光测试表明产物为绿光发射材料。

专利名称(译)	一种绿光发射材料聚烷基芴的制备方法		
公开(公告)号	CN100379836C	公开(公告)日	2008-04-09
申请号	CN200610018736.7	申请日	2006-04-10
[标]申请(专利权)人(译)	武汉大学		
申请(专利权)人(译)	武汉大学		
当前申请(专利权)人(译)	武汉大学		
[标]发明人	詹才茂 陈知远 白卫斌		
发明人	詹才茂 陈知远 白卫斌		
IPC分类号	C09K11/06		
代理人(译)	程祥 冯卫平		
其他公开文献	CN1844301A		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

本发明涉及一种绿光发射材料聚烷基芴的制备方法，按氧化剂用量为单体摩尔量的1至4倍的比例，将单体二烷基芴与氧化剂无水FeCl₃在0°C至35°C下固相研磨反应30至60分钟后，提纯、干燥得到绿光发射材料聚烷基芴。本发明以芴环上的活性氢为反应官能团实现聚合反应，不须在单体上引入双官能团，省去了制备单体的复杂反应步骤，使得材料的制备步骤简化；由一步反应直接得到绿光发射材料，省去了共聚合反应步骤；避免了采用钼络合物等贵金属或硼酸酯等试剂，降低了成本。本发明反应时间短，生产效率高；所得到的聚合物有良好的区位规整性；不使用硝基苯、氯仿等有毒有机溶剂，减少了环境污染，是一项环境友好的绿色化学技术。

