



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105647515 B

(45)授权公告日 2017. 10. 20

(21)申请号 201610045208.4

C07D 219/02(2006.01)

(22)申请日 2016.01.22

审查员 陈雅清

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105647515 A

(43)申请公布日 2016.06.08

(73)专利权人 华南理工大学

地址 510640 广东省广州市天河区五山路
381号

(72)发明人 莫越奇

(74)专利代理机构 广州市华学知识产权代理有
限公司 44245

代理人 罗啸秋

(51)Int.Cl.

C09K 11/06(2006.01)

C07D 401/14(2006.01)

权利要求书3页 说明书9页

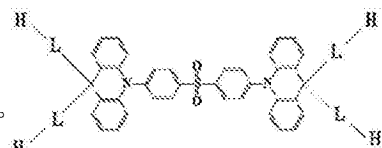
(54)发明名称

一种树枝状热活化延迟荧光材料及其合成方法

(57)摘要

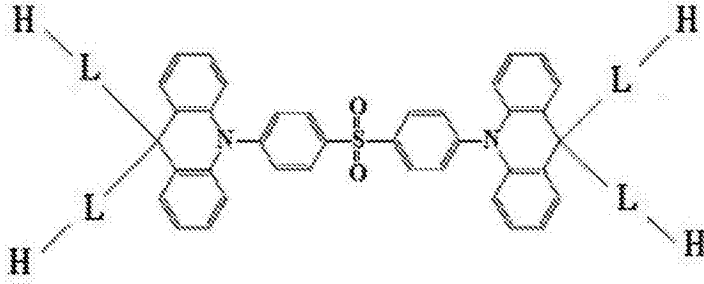
本发明属于有机发光材料技术领域,公开了一种树枝状热活化延迟荧光材料及其合成方法。所述荧光材料具有式(1)所示的结构通式,式中L为连接基团,H为空穴传输基团。本发明在热活化延迟荧光材料外围采用化学方法接上了树枝状结构的空穴传输基团。这些咪唑和三苯胺树枝单元有效地抑制了发光核的聚集,同时赋予了材料优异的空穴传输性能。这将有利于降低器件的驱动电压,提高发光效率,改善高电流密度下降的

问题。

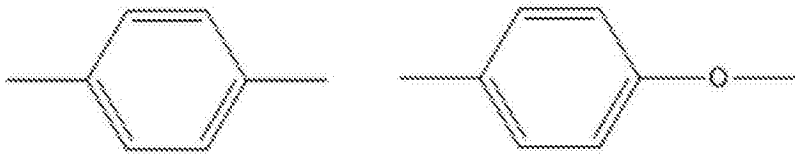


式(1)

1. 一种树枝状热活化延迟荧光材料,其特征在于所述荧光材料具有如下结构通式:

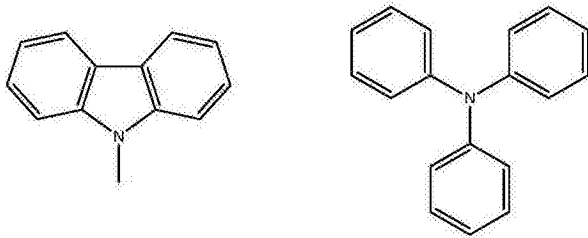


式中H为空穴传输基团;L为含有以下任意一种或两种以上结构的连接基团:

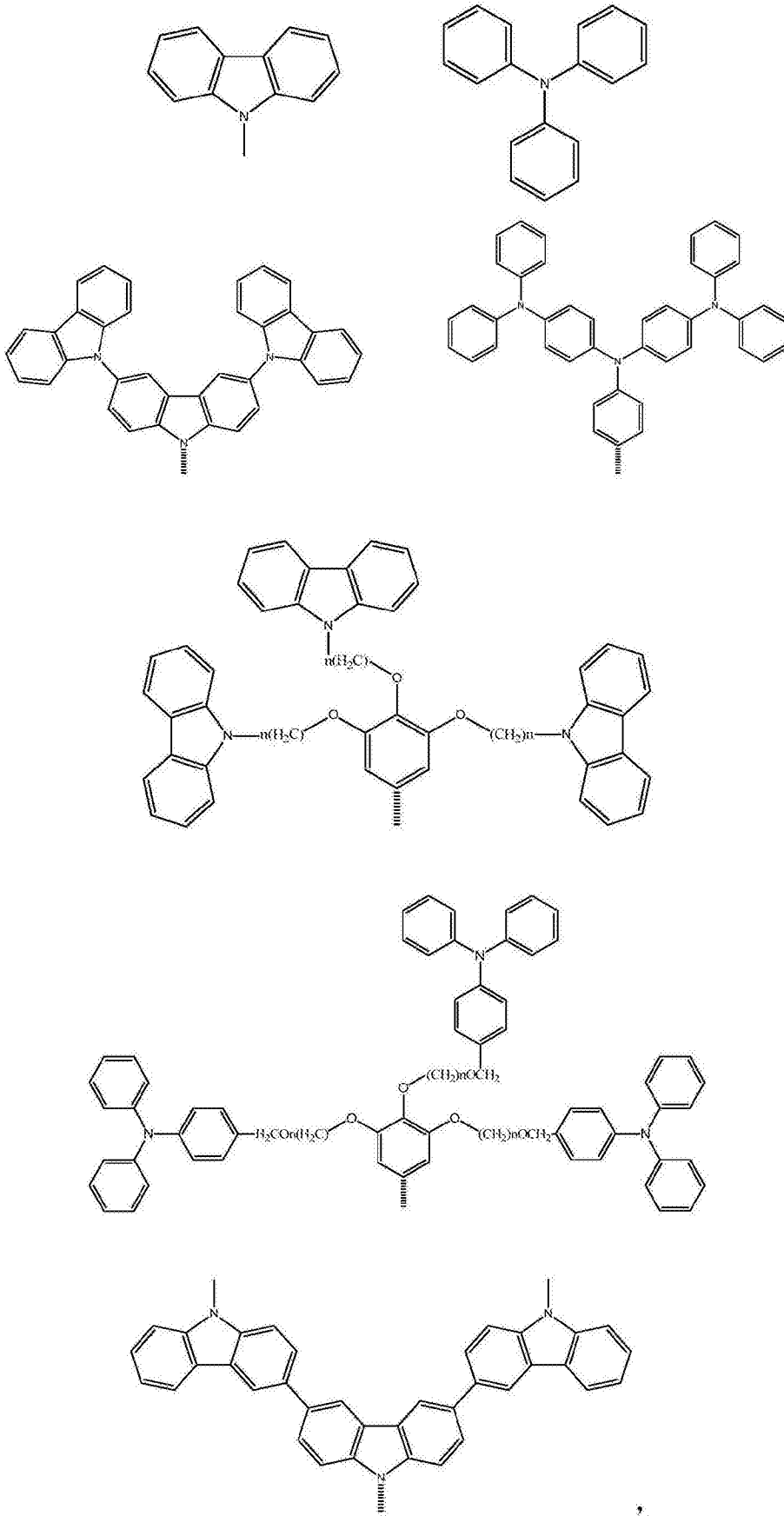


其中n为1~30的整数。

2. 根据权利要求1所述的一种树枝状热活化延迟荧光材料,其特征在于:所述的H基团为含有以下一种或两种结构的空穴传输基团:



3. 根据权利要求2所述的一种树枝状热活化延迟荧光材料,其特征在于:所述的H基团为以下任意一种结构的空穴传输基团:



其中n为1~30的整数。

4. 权利要求1~3任一项所述的一种树枝状热活化延迟荧光材料的制备方法,其特征在

于包括以下制备步骤:

首先从2-(苯胺基)苯甲酸甲酯和1-(苄氧基)-4-溴苯的格氏试剂出发,得到9,9-二(4-苄氧基苯基)-9,10-二氢吡啶,将其与4,4'-二氟二苯砷反应得到二[4-(9,9-二(4-苄氧基苯基)-9,10-二氢吡啶)苯基]砷,然后用钨炭催化剂还原成二[4-(9,9-二(4-羟基苯基)-9,10-二氢吡啶)苯基]砷,最后利用二[4-(9,9-二(4-羟基苯基)-9,10-二氢吡啶)苯基]砷上的四个活性官能团酚羟基与含有咪唑或三苯胺的溴代烷进行树枝状反应,得到所述树枝状热活化延迟荧光材料。

一种树枝状热活化延迟荧光材料及其合成方法

技术领域

[0001] 本发明属于有机发光材料技术领域,具体涉及一种树枝状热活化延迟荧光材料及其合成方法。

背景技术

[0002] 有机电致发光现象可追溯到1963年,Pope课题组和Visco课题组发现在微米厚度的蒽单晶施加不小于400V的直流电压可以观察到蓝光发射。直到1987年,美国柯达公司的邓青云博士等人发明了三明治型有机双层薄膜电致发光器件,采用8-羟基喹啉铝作为发光层材料,在小于10V电压驱动下器件发光亮度达到1000cd/m²,外量子效率提高到1%,效率为1.5lm/W,从而激起了有机电致发光材料和器件的研究热潮。Burroughes等于1990年在Nature刊物上发表了关于高分子材料聚对苯撑乙烯 (PPV) 利用溶液加工的方法制成薄膜,在低电压下发现电致发光现象,开启了高分子平板显示的研发。目前基于三明治器件结构的有机发光二极管OLED已经产业化,用于移动电话,平板电视,光子发射器件等。

[0003] 在OLED器件中,电子和空穴复合产生激子,而这激子中单线态和三线态的激子比例为1:3,又因为分子内磷光的发生伴随电子的自旋翻转,在一般的分子中磷光的发生是禁阻的,所以也就是说器件中有75%的三线态激子被浪费。1998年,Forrest等通过金属与有机材料配位的方式,捕获三线态激子用于发光取得了突破。其利用金属配合物中重金属原子的旋轨耦合效应,使本来自旋受阻的三线态激子辐射跃迁产生磷光,通过能量转移的方式转移到被掺杂的主体材料中,获得磷光最终制得磷光器件,其理论上内量子效率高达100%。目前铱配合物的红色和绿光发光材料已经产业化,但蓝光材料的色纯度和稳定性还不能达到实用要求。另外,铱配合物用于采用了贵金属铱,价格较高,造成平板电视的价格居高不下,妨碍了OLED的产业化发展。

[0004] 本发明涉及的是一类热活化延迟荧光材料,它的发光机理与上述材料截然不同,是目前最有竞争力的发光材料。简而言之,热活化延迟荧光材料由电子给体和电子受体两种成分构成,形成电荷转移的电子能级。这种电荷转移能级中的第一单线态能级和第一三线态能级非常接近,在热激发下可以实现三线态到单线态的反系间穿越,从而实现单线态和三线态最终都能被利用,发出荧光。理论上可以达到100%的效率。

[0005] 热活化延迟荧光现象是在1961年由Parker和Hatchard最早在四溴荧光素 (Eosin Dye) 中发现的。2009年,日本的科学家Adachi将TADF材料应用到OLEDs器件。起初这种OLEDs器件需要很高的起始电流注入,工作电压在10V到29V,电流密度为100mA/cm²。2012年,Adachi等在Nature杂志上报道了高效的OLED器件性能,成为了全球最新研究热点。他们合成的新型高效率的TADF分子,其OLED器件的EQE可高达30%,这完全突破了传统荧光OLEDs的限制,甚至可以与含稀有重金属复合物的PhOLEDs相媲美。TADF材料的红光到蓝光到可以覆盖;其蓝光器件目前最高EQE可以达到19.5%,绿光器件可达到30.0%,替代普通的贵金属复合物器件指日可待。唯一的缺陷是蓝光材料在高电流密度下的效率下降很快,也就是滚降问题仍然未能解决。2014年,Adachi等在Nature Photonics上报道了新型的蓝光材料,

器件的开启电压低到3.7V,最大外量子效率EQE达到19.5%,色坐标CIE (0.16,0.20)。即使
在高亮度1000cd/m²下,其EQE仍维持在16%,可以说已经接近了实用要求。

[0006] 虽然上述材料性能已经非常卓越,但OLED的成本较高,仍然是制约其发展的重要
因素。目前OLED材料主要采用热蒸镀的方法成膜,设备昂贵,并且热蒸镀浪费大,为此,开发
出高效、低成本的溶液加工型材料显得尤为迫切。目前,实现发光材料的溶液加工主要有共
混、化学键合到高分子中和树枝状结构三种方式。但是,前两者具有一些缺点:共混方式容
易发生相分离现象;而将配合物通过化学键引入到高分子中则存在材料纯化困难,并且聚
合过程容易带来结构缺陷。树枝状分子具有以下优点:结构明确,便于提纯和检测;树枝
对有发光核有隔离效应,可以避免磷光核的发光淬灭;便于引入功能基团;将主体和客体融
为一体,实现高效非掺杂器件。因此,合成树枝状材料是实现印刷显示的有效途径。

[0007] 基于2014年Adachi等在Natruce Photonics上报道的新型蓝光材料,其器件最大外
量子效率EQE达到19.5%,色纯度高,高亮度下的效率滚降不大;到目前为止,以该材料为核
进行树枝化却鲜有报道。

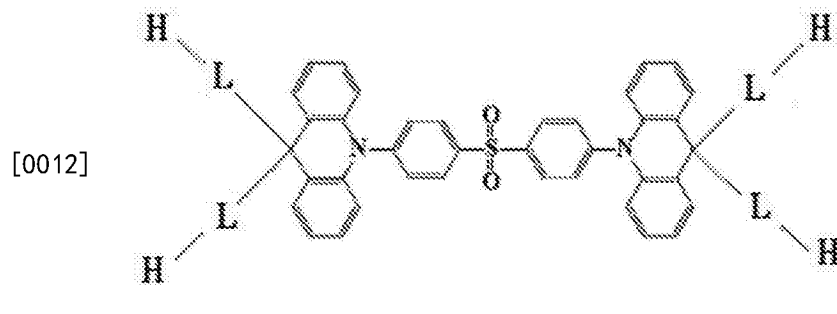
发明内容

[0008] 为了解决以上现有技术的缺点和不足之处,本发明的首要目的在于提供一种树枝
状热活化延迟荧光材料。

[0009] 本发明的另一目的在于提供一种上述树枝状热活化延迟荧光材料的制备方法。

[0010] 本发明目的通过以下技术方案实现:

[0011] 一种树枝状热活化延迟荧光材料,所述荧光材料具有如下结构通式:



[0013] 式中L为连接基团,H为空穴传输基团。

[0014] 优选地,所述的L基团为含有以下任意一种或两种以上结构的连接基团:

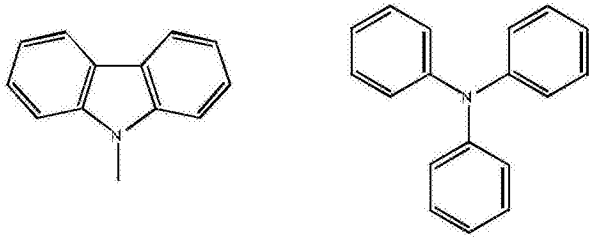


[0015] 

[0016] 其中n为1~30的整数。

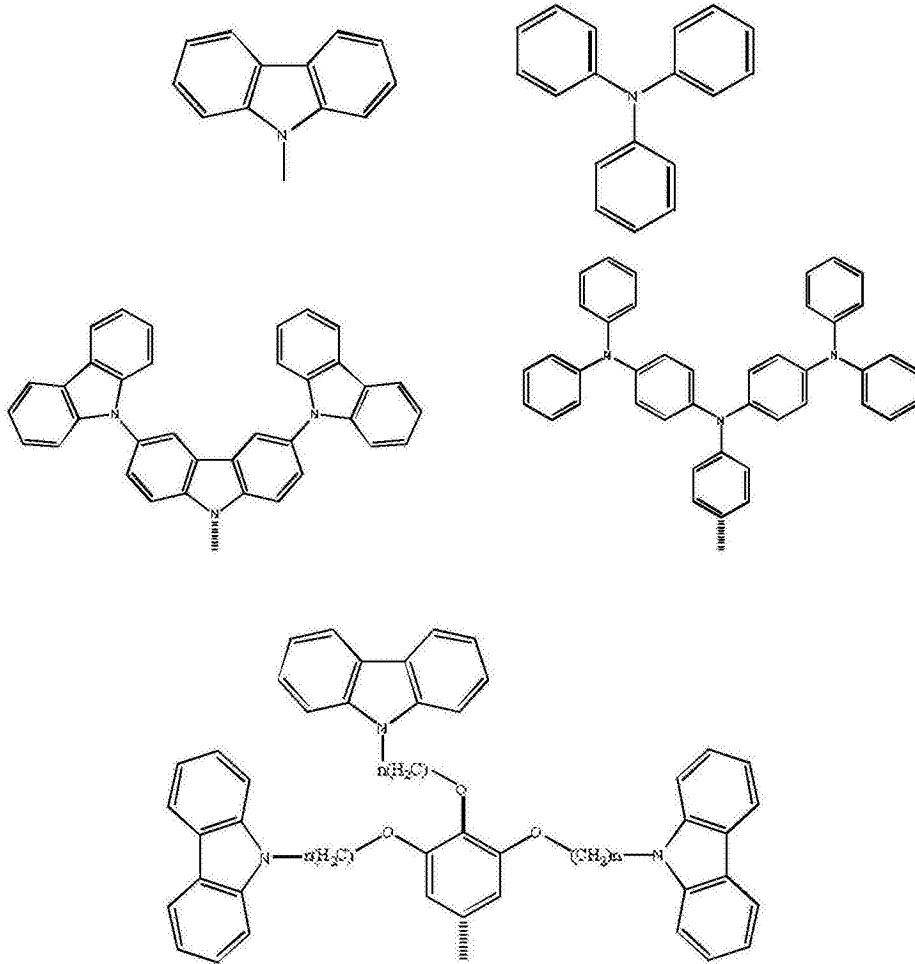
[0017] 优选地,所述的H基团为含有以下一种或两种结构的空穴传输基团:

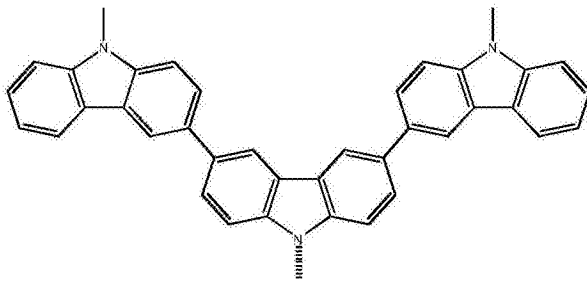
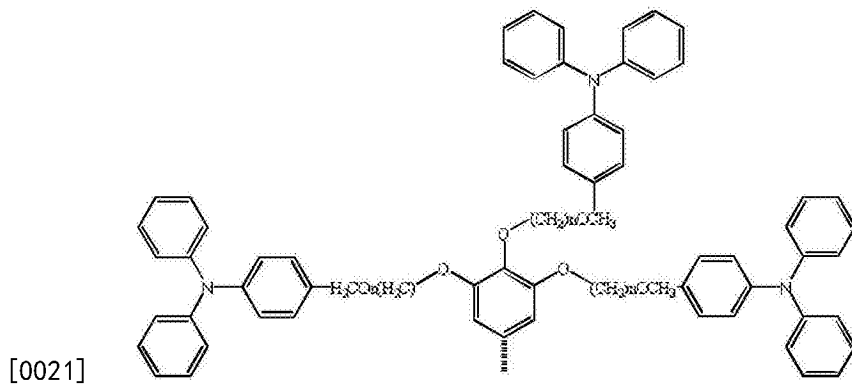
[0018]



[0019] 更优选地,所述的H基团为以下任意一种结构的空穴传输基团:

[0020]





[0022] 其中n为1~30的整数。

[0023] 上述树枝状热活化延迟荧光材料的制备方法,包括以下制备步骤:

[0024] 首先从2-(苯胺基)苯甲酸甲酯和1-(苯氧基)-4-溴苯的格氏试剂出发,得到9,9-二(4-苯氧基苯基)-9,10-二氢吡啶,将其与4,4'-二氟二苯砜反应得到二[4-(9,9-二(4-苯氧基苯基)-9,10-二氢吡啶)苯基]砜,然后用钯炭催化剂还原成二[4-(9,9-二(4-羟基苯基)-9,10-二氢吡啶)苯基]砜,最后利用二[4-(9,9-二(4-羟基苯基)-9,10-二氢吡啶)苯基]砜上的四个活性官能团酚羟基与含有咪唑或三苯胺的溴代烷进行树枝状反应,得到所述树枝状热活化延迟荧光材料。

[0025] 本发明的产物及制备方法具有如下优点及有益效果:

[0026] (1) 本发明以2014年Adachi等在Natruce Photonics上报道的新型蓝光材料为核进行树枝化,树枝化基团优选咪唑和三苯胺,由于咪唑和三苯胺树枝具有很好的空穴传输能力,同时能起到对中心发光核的包裹作用;

[0027] (2) 本发明的制备方法简洁有效,易于分离提纯。

具体实施方式

[0028] 下面结合实施例对本发明作进一步详细的描述,但本发明的实施方式不限于此。

[0029] 实施例1

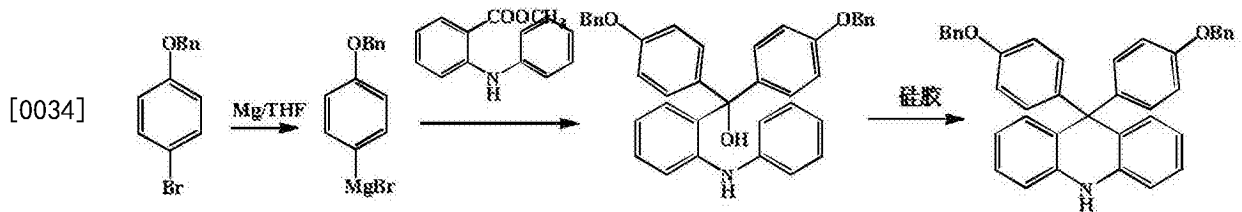
[0030] (1) 1-(苯氧基)-4-溴苯的合成

[0031] 称取氢氧化钠(2.4g,60mmol,60%),70mL干燥的DMF于250mL三口瓶中,换氮气三次,冰水浴降温至5℃。对溴苯酚(8.651g,50mmol)快速加入体系中,搅拌反应30min至无气泡冒出。溴化苄(8.551g,50mmol)注入恒压漏斗中,慢滴加入体系中。滴完后,撤去冰水浴,自然升至室温反应搅拌2小时。反应结束后,倒入冰的氯化铵饱和溶液中淬灭,搅拌半小时,析出大量白色固体。砂芯漏斗抽滤,冰甲醇洗。滤饼用乙醇重结晶,得11.678g纯白色细针状固

体,熔点:62-64℃,产率:89%。

[0032] (2) 9,9-二(4-苄氧基苯基)-9,10-二氢吡啶的合成

[0033] 合成路线如下式所示:



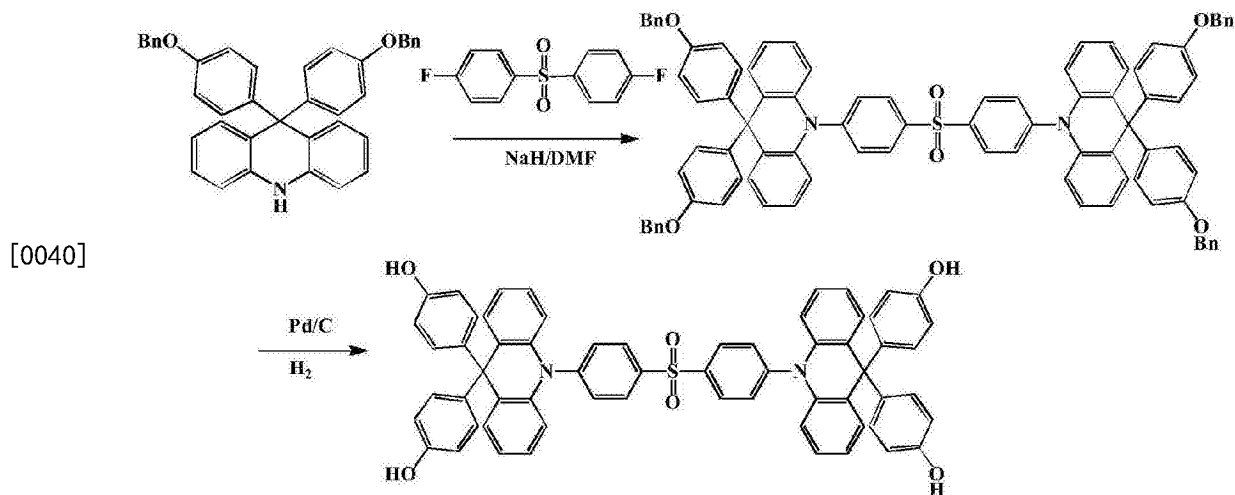
[0035] 具体合成步骤为:

[0036] 称取(2.207g, 91.97mmol)活化的镁粉,一粒碘于250mL三口瓶中,换氩气三次。1-(苄氧基)-4-溴苯(22g, 83.6mmol)溶于70mL干燥的四氢呋喃,注入恒压漏斗中,先放入10mL,室温搅拌反应。待引发后,慢滴加1-苄氧基-4-溴苯的四氢呋喃溶液,滴完后,升温回流反应3小时。取另一个干燥的250mL三口瓶,换氩气三次,用注射器将上述制备好的格式试剂转移到其中,冰水浴降温至0℃。2-(苯胺基)苯甲酸甲酯(1.818g, 8mmol)溶于20mL四氢呋喃,注入恒压漏斗中,慢滴加到格式试剂中。滴完后,撤去冰水浴,室温反应过夜。反应结束后,倒入冰的氯化铵溶液中淬灭,乙酸乙酯萃取,合并有机层,饱和氯化钠溶液水洗,无水硫酸镁干燥。布氏漏斗过滤,旋干溶剂,油泵抽干,以石油醚:二氯甲烷=3:1为洗脱剂,5.0cm*35cm硅胶层析柱提纯, α, α -二(4-苄氧基苯基)-2-(苯胺基)苯甲醇(M7)在硅胶中脱水闭环比较快,所以让其在硅胶柱子中放置1天,让其充分脱水闭环,分离得7.255g白色偏黄粉末固体,再用30mL二氯甲烷溶解,加入60mL石油醚,旋转蒸发仪室温旋走部分二氯甲烷至有固体析出,放入零下20℃冰箱中析晶,得7.011g晶片状白色晶体,熔点:162-164℃,产率:80%。产物鉴定数据如下:

[0037] ^1H NMR (600MHz, DMSO- d_6) δ 9.05 (s, 1H), 7.44 (d, $J=7.3\text{Hz}$, 4H), 7.39 (t, $J=7.5\text{Hz}$, 4H), 7.33 (t, $J=7.3\text{Hz}$, 2H), 7.16-7.09 (m, 2H), 6.91 (dd, $J=7.9, 5.6\text{Hz}$, 6H), 6.79 (dd, $J=11.1, 3.9\text{Hz}$, 2H), 6.74 (d, $J=8.8\text{Hz}$, 4H), 6.67 (d, $J=7.5\text{Hz}$, 2H), 5.04 (s, 4H). ^{13}C NMR (151MHz, DMSO- d_6) δ 157.05, 140.42, 139.20, 137.53, 131.18, 129.90, 128.90, 128.33, 128.27, 127.46, 127.41, 119.74, 114.22, 114.03, 69.69, 55.22。

[0038] (3) 二[4-(9,9-二(4-羟基苯基)-9,10-二氢吡啶)苯基]砷的合成

[0039] 合成路线如下:



[0041] 称取9,9-二(4-苄氧基苯基)-9,10-二氢吡啶(2.464g,4.516mmol), 氢氧化钠(0.362g,9.03mmol,60%)于100mL单口瓶中,换氩气三次,注入10mL干燥的DMF,50℃反应1小时至无气泡冒出。4,4'-二氟二苯砜(0.575g,2.258mmol)溶于10mL干燥的DMF中,注入恒压漏斗,慢滴加入体系中,滴完后50℃反应过夜。反应结束后,倒入冰的氯化铵溶液中淬灭,搅拌半小时,析出大量灰白色固体,过滤,水洗三次,二氯甲烷溶解,无水硫酸镁干燥。布氏漏斗过滤,旋干溶剂,油泵抽干,以石油醚:二氯甲烷=1:1为洗脱剂,5.0cm*20cm硅胶层析柱提纯,分离得到粗产物1.4g白色偏绿膨胀性固体,再用乙酸乙酯:氯仿=1:1重结晶,得1.003g二[4-(9,9-二(4-苄氧基苯基)-9,10-二氢吡啶)苯基]砜。纯白色粉末固体,熔点>200℃,产率:34%。产物鉴定数据如下:

[0042] ^1H NMR (600MHz, CDCl_3) δ 8.09 (d, $J=8.4\text{Hz}$, 4H), 7.44 (d, $J=7.3\text{Hz}$, 8H), 7.39 (t, $J=7.5\text{Hz}$, 8H), 7.34 (t, $J=7.2\text{Hz}$, 4H), 7.23 (d, $J=8.3\text{Hz}$, 4H), 7.11-7.04 (m, 4H), 6.94 (d, $J=3.0\text{Hz}$, 8H), 6.85 (s, 16H), 6.44 (d, $J=8.1\text{Hz}$, 4H), 5.04 (s, 8H). ^{13}C NMR (151MHz, CDCl_3) δ 157.28, 146.32, 141.43, 140.12, 138.42, 137.04, 131.83, 131.34, 131.20, 130.07, 129.98, 128.63, 128.03, 127.59, 126.90, 121.22, 114.92, 113.91, 70.04, 55.68.

[0043] 称取二[4-(9,9-二(4-苄氧基苯基)-9,10-二氢吡啶)苯基]砜(0.925g,0.708mmol),5%钯碳2g于带U型管的50mL单口瓶中。U型管的两个口分别连接在氢气球和氮气球上,关闭氢气球开关,先对装置置换氮气三次,再夹住氮气球,用氢气球置换氢气三次,换气结束后,松开氢气球开关,夹住连接氮气的气管,保持体系内氢气环境。然后注入干燥的四氢呋喃30mL,25℃反应搅拌48小时。反应结束后,用铺有硅藻土的砂芯漏斗过滤,四氢呋喃洗涤滤饼,滤液旋干,油泵抽干。以甲醇:二氯甲烷=1:20为洗脱剂,硅胶干法上样,5.0cm*30cm硅胶层析柱提纯,分离得到0.617g二[4-(9,9-二(4-羟基苯基)-9,10-二氢吡啶)苯基]砜,黄绿色粉末固体,熔点>200℃,产率:92%。产物鉴定数据如下:

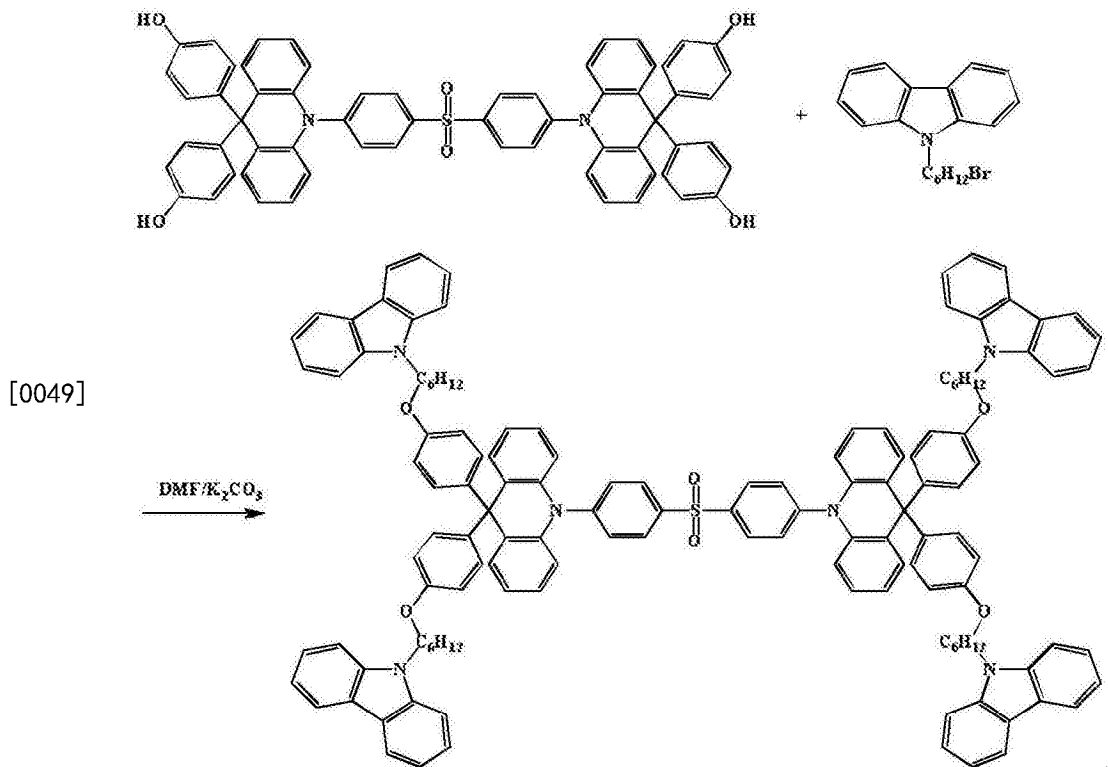
[0044] ^1H NMR (600MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ 9.39 (s, 4H), 8.19 (d, $J=8.6\text{Hz}$, 4H), 7.34 (d, $J=8.6\text{Hz}$, 4H), 7.10-7.05 (m, 4H), 6.93 (dd, $J=11.4, 4.3\text{Hz}$, 4H), 6.82 (dd, $J=7.8, 1.2\text{Hz}$, 4H), 6.66 (d, $J=8.9\text{Hz}$, 8H), 6.63 (d, $J=8.8\text{Hz}$, 8H), 6.39 (d, $J=8.1\text{Hz}$, 4H). ^{13}C NMR (151MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ 156.11, 146.08, 141.24, 140.06, 136.66, 131.88, 131.32, 131.15, 130.72, 129.96, 127.38, 121.47, 115.23, 114.93, 55.37.

[0045] (4)-N-(6-溴己基)咪唑的合成

[0046] 称取咪唑 (3.344g, 20mmol), 氢氧化钠 (1.6g, 40mmol, 60%) 于 250mL 三口瓶中, 换氮气三次, 注入 50mL 干燥的 THF, 室温搅拌反应 1 小时至无气泡冒出。称取 1,6-二溴己烷 (19.317g, 80mmol) 于另外一个 250mL 单口瓶中, 换氮气三次, 注入 50mL 干燥的四氢呋喃, 将上述制备好的咪唑钠盐注入到恒压漏斗中, 慢滴加, 滴完后 30℃ 反应过夜。反应结束后, 倒入碎冰中淬灭, 乙酸乙酯萃取, 合并有机层, 饱和氯化钠溶液水洗, 无水硫酸镁干燥。布氏漏斗过滤, 旋干溶剂, 油泵抽干, 以石油醚为洗脱剂, 5.0cm*30cm 硅胶层析柱提纯, 分离得到 5.336g 白色块状固体。二氯甲烷-甲醇处理, 析出 4.601g 纯白色短针状晶体, 熔点: 60-62℃, 产率: 80%。产物鉴定数据如下:

[0047] $^1\text{H NMR}$ (600MHz, CDCl_3) δ 8.11 (d, $J=7.7\text{Hz}$, 2H), 7.51-7.44 (m, 2H), 7.41 (d, $J=8.2\text{Hz}$, 2H), 7.24 (t, $J=7.4\text{Hz}$, 2H), 4.32 (t, $J=7.1\text{Hz}$, 2H), 3.36 (t, $J=6.7\text{Hz}$, 2H), 1.90 (dt, $J=14.8, 7.2\text{Hz}$, 2H), 1.84-1.78 (m, 2H), 1.52-1.45 (m, 2H), 1.44-1.36 (m, 2H)。

[0048] (5) 二[4-(9,9-二(4-(6-咪唑-9-基-己氧基)苯基)-9,10-二氢吲哚)苯基]砒的合成, 其合成路线如下式所示:



[0050] 具体合成步骤为:

[0051] 称取二[4-(9,9-二(4-羟基苯基)-9,10-二氢吲哚)苯基]砒 (0.3g, 0.318mmol), N-(6-溴己基)咪唑 (0.840g, 2.544mmol), 无水碳酸钾 (0.440g, 3.18mmol), 碘化钾 (50mg, 0.3mmol), 5mL 干燥的 DMF 于 100mL 单口瓶中, 换氮气三次, 100℃ 搅拌反应 48 小时。反应结束后, 冷至室温, 倒入水中淬灭, 二氯甲烷萃取, 合并有机层, 饱和氯化钠溶液水洗三次, 无水硫酸镁干燥。布氏漏斗过滤, 旋干溶剂, 油泵抽干, 以石油醚:二氯甲烷=1:1 为洗脱剂, 5.0cm*20cm 硅胶层析柱提纯, 分离得到 0.451g 白色偏黄粉末固体, 再用乙酸乙酯和氯仿重结晶得到 0.439g 纯白色粉末固体, 熔点: 140-142℃, 产率: 71%。产物鉴定数据如下:

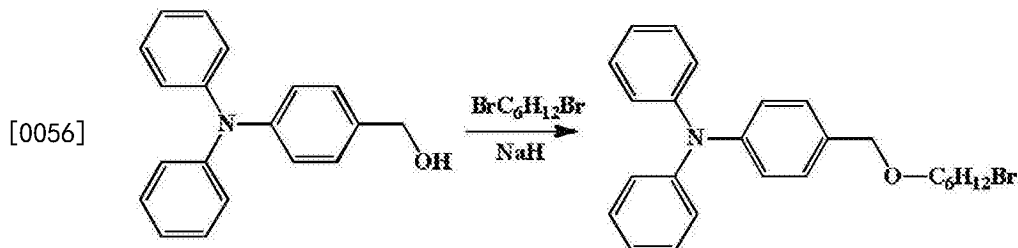
[0052] $^1\text{H NMR}$ (600MHz, CDCl_3) δ 8.08 (d, $J=7.7\text{Hz}$, 8H), 8.05 (d, $J=8.5\text{Hz}$, 4H), 7.44 (t, J

=7.5Hz, 8H), 7.39 (d, J=8.1Hz, 8H), 7.24-7.17 (m, 12H), 7.08-7.02 (m, 4H), 6.95-6.88 (m, 8H), 6.80 (d, J=8.8Hz, 8H), 6.70 (d, J=8.8Hz, 8H), 6.42 (d, J=8.1Hz, 4H), 4.31 (t, J=7.1Hz, 8H), 3.86 (t, J=6.3Hz, 8H), 1.96-1.86 (m, 8H), 1.78-1.65 (m, 8H), 1.53-1.39 (m, 16H). ¹³C NMR (151MHz, CDCl₃) δ157.47, 146.37, 141.43, 140.45, 140.03, 138.04, 132.01, 131.29, 131.00, 130.05, 130.03, 126.85, 125.65, 122.86, 121.24, 120.40, 118.80, 114.99, 113.49, 108.67, 67.68, 55.66, 42.96, 29.22, 28.97, 27.12, 26.00.

[0053] 实施例2

[0054] (1) 1-[4-(N-(二苯氨基)苯基)甲氧基]-6-溴己烷的合成

[0055] 合成路线如下式所示:

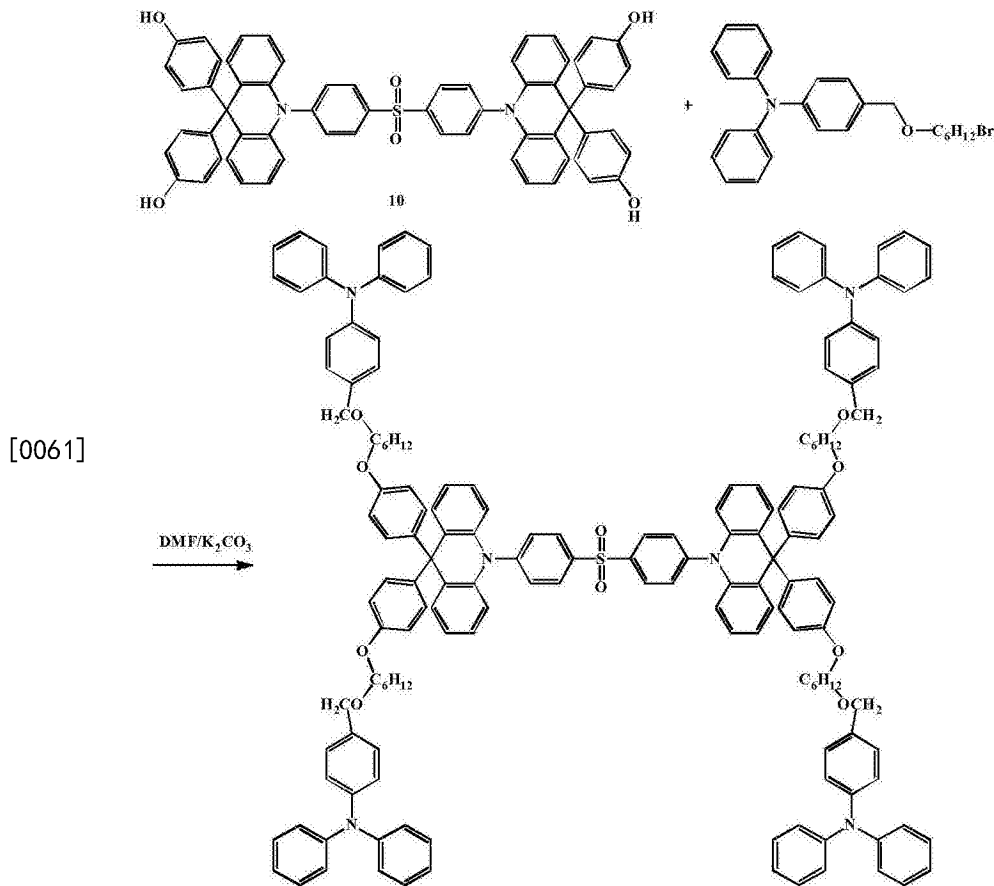


[0057] 具体合成步骤如下:

[0058] 称取二苯氨基-4-苯甲醇 (5.5g, 20mmol), 氢化钠 (2.4g, 60mmol, 60%) 于250mL三口瓶中, 换氮气三次, 注入50mL四氢呋喃, 室温搅拌反应1小时至无气泡冒出。称取1,6-二溴己烷 (19.517g, 80mmol) 于另外一个250mL单口瓶中, 换氮气三次, 注入50mL干燥的四氢呋喃, 加热至65℃。将上述制备好的醇钠注入恒压漏斗中, 慢滴加。加完后, 65℃反应过夜。反应结束后, 冷至室温, 倒入冰的氯化铵溶液中淬灭, 乙酸乙酯萃取, 合并有机层, 饱和氯化钠溶液水洗, 无水硫酸镁干燥。布氏漏斗过滤, 旋干溶剂, 油泵抽干, 以石油醚为洗脱剂, 5.0cm*35cm硅胶层析柱提纯, 分离得到5.611g无色透明粘液, 产率: 64%。产物鉴定数据如下:

[0059] ¹H NMR (600MHz, CDCl₃) δ7.25-7.19 (m, 6H), 7.10-7.03 (m, 6H), 7.02-6.97 (m, 2H), 4.43 (s, 2H), 3.49 (t, J=6.5Hz, 2H), 3.41 (t, J=6.8Hz, 2H), 1.87 (dt, J=14.4, 6.9Hz, 2H), 1.67-1.61 (m, 2H), 1.49-1.37 (m, 4H)。

[0060] (2) 二[4-(9,9-二(4-(1-(4-(N-(二苯氨基)苯基)甲氧基)-6-己氧基)苯基)-9,10-二氢吡啶)苯基]砷的合成, 合成路线如下式所示:



[0062] 具体合成步骤如下：

[0063] 称取二[4-(9,9-二(4-羟基苯基)-9,10-二氢吡啶)苯基]砒(0.457g,0.483mmol), 1-[4-(N-(二苯胺基)苯基)甲氧基]-6-溴己烷(1.696g,3.868mmol),无水碳酸钾(0.668g,4.836mmol),碘化钾(50mg,0.3mmol),6mL干燥的DMF于100mL单口瓶中,换氮气三次,100℃反应搅拌48小时。反应结束后,冷至室温,倒入水中淬灭,二氯甲烷萃取,合并有机层,饱和氯化钠溶液水洗三次,无水硫酸镁干燥。布氏漏斗过滤,旋干溶剂,油泵抽干,以石油醚:二氯甲烷:四氢呋喃=7:2:1,5.0cm*20cm硅胶层析柱提纯,分离得到0.821g白色粉末固体,熔点:86-88℃,产率:72%。产物鉴定数据如下:

[0064] ¹HNMR (600MHz,CDCl₃) δ8.08 (d,J=8.5Hz,4H),7.25-7.14 (m,28H),7.10-7.01 (m,28H),6.98 (t,J=7.3Hz,8H),6.95-6.87 (m,8H),6.80 (d,J=8.8Hz,8H),6.74 (d,J=8.9Hz,8H),6.41 (d,J=8.1Hz,4H),4.43 (s,8H),3.92 (t,J=6.4Hz,8H),3.50 (t,J=6.6Hz,8H),1.82-1.73 (m,8H),1.71-1.61 (m,8H),1.51-1.43 (m,16H)。¹³CNMR (151MHz,CDCl₃) δ157.53,147.83,147.29,146.34,141.41,140.16,138.02,132.86,131.80,131.30,131.27,130.09,130.03,129.22,128.89,126.83,124.17,124.04,122.71,121.16,114.78,113.50,72.69,70.45,67.85,55.62,29.76,29.35,26.09,26.03。

[0065] 上述实施例为本发明较佳的实施方式,但本发明的实施方式并不受上述实施例的限制,其他的任何未背离本发明的精神实质与原理下所作的改变、修饰、替代、组合、简化,均应为等效的置换方式,都包含在本发明的保护范围之内。

专利名称(译)	一种树枝状热活化延迟荧光材料及其合成方法		
公开(公告)号	CN105647515B	公开(公告)日	2017-10-20
申请号	CN201610045208.4	申请日	2016-01-22
[标]申请(专利权)人(译)	华南理工大学		
申请(专利权)人(译)	华南理工大学		
当前申请(专利权)人(译)	华南理工大学		
[标]发明人	莫越奇		
发明人	莫越奇		
IPC分类号	C09K11/06 C07D401/14 C07D219/02		
CPC分类号	C07D219/02 C07D401/14 C09K11/06 C09K2211/1007 C09K2211/1014 C09K2211/1022 C09K2211/1029		
其他公开文献	CN105647515A		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

本发明属于有机发光材料技术领域，公开了一种树枝状热活化延迟荧光材料及其合成方法。所述荧光材料具有式(1)所示的结构通式，式中L为连接基团，H为空穴传输基团。本发明在热活化延迟荧光材料外围采用化学方法接上了树枝状结构的空穴传输基团。这些咔唑和三苯胺树枝单元有效地抑制了发光核的聚集，同时赋予了材料优异的空穴传输性能。这将有利于降低器件的驱动电压，提高发光效率，改善高电流密度下降的问题。

