

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

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



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200910021733.2

[43] 公开日 2009年8月26日

[11] 公开号 CN 101514287A

[22] 申请日 2009.3.27

[21] 申请号 200910021733.2

[71] 申请人 彩虹集团公司

地址 712021 陕西省咸阳市彩虹路1号

[72] 发明人 张志刚

[74] 专利代理机构 西安通大专利代理有限责任公
司

代理人 徐文权

权利要求书4页 说明书5页

[54] 发明名称

一种有机电致发光材料的制备方法

[57] 摘要

本发明属于电子材料技术领域，具体涉及一种有机电致发光材料的制备方法。一种有机电致发光材料的制备方法，包括如下步骤：1) 配制加入氢氧化钾的乙醇溶液，在氮气保护氛围下加入水杨醛，回流；2) 在室温下，在反应体系中加入溴代正辛烷，回流；3) 蒸去反应体系中的乙醇溶剂后，采用乙醚萃取，将萃取液水洗至中性；4) 将萃取液干燥，减压蒸馏干燥后得辛氧基苯甲醛单体；5) 加入二甲基甲酰胺及辛氧基苯甲醛；6) 在氮气保护下搅拌反应体系、加热，加入氢氧化钾；7) 维持反应体系，重结晶产物得到蓝光材料。采用该材料制备的有机电致发光显示器件色坐标为(0.14, 0.15)，蓝光波长半峰宽为56nm，在亮度为1000尼特的条件下寿命为20000小时。

1、一种有机电致发光材料的制备方法，其特征在于，包括如下步骤：

1) 取加入氢氧化钾质量浓度为5-20%的乙醇溶液30-100mL，在氮气保护氛围下加入5-20g的水杨醛，回流反应1-3h；

2) 在室温下，在上述步骤1)的反应体系中加入10-40g溴代正辛烷，回流反应4-24h；

3) 采用旋转蒸发法蒸去步骤2)中反应体系中的乙醇溶剂，蒸去乙醇溶剂后的产物用质量浓度为2%的氢氧化钾溶液清洗，之后采用乙醚萃取，将萃取液水洗至中性；

4) 将步骤3)的萃取液采用无水硫酸镁干燥，减压蒸馏干燥后的萃取液得辛氧基苯甲醛单体；

5) 加入20-100g二甲基甲酰胺，3-20mmol的4,4'-二(二乙氧基磷酸)联苯苄醋，7.5-50mmol辛氧基苯甲醛；

6) 在氮气保护下搅拌步骤5)的反应体系、加热反应体系到40-50℃，加入6-40 mmol氢氧化钾；

7) 维持步骤6)的反应体系反应8-24h，重结晶产物得到蓝光材料4,4'-二[2-(4-辛氧基苯基)乙烯基]联苯。

2、根据权利要求1所述的有机电致发光材料的制备方法，其特征在于，包括如下步骤：

1) 取加入氢氧化钾质量浓度为5%的乙醇溶液30mL，在氮气保护氛围下加入5g的水杨醛，加热回流反应1h；

2) 在室温下, 在步骤1) 的反应体系中加入10g溴代正辛烷, 回流反应4h;

3) 采用旋转蒸发法蒸去步骤2) 中反应体系中的乙醇溶剂, 蒸去乙醇溶剂后的产物用质量浓度为2%的氢氧化钾溶液清洗, 之后采用乙醚萃取, 将萃取液水洗至中性;

4) 将步骤3) 的萃取液采用无水硫酸镁干燥, 减压蒸馏干燥后的萃取液得辛氧基苯甲醛单体;

5) 加入20g二甲基甲酰胺, 3mmol 的4,4-二(二乙氧基磷酸)联苯苜醋, 50mmol辛氧基苯甲醛;

6) 在氮气保护下搅拌步骤5) 的反应体系、加热反应体系到50℃, 加入6 mmol氢氧化钾;

7) 维持步骤6) 的反应体系反应8h, 重结晶产物得到蓝光材料4,4'-二[2-(4-辛氧基苯基)乙烯基]联苯。

3、根据权利要求1所述的有机电致发光材料的制备方法, 其特征在于, 包括如下步骤:

1) 取加入氢氧化钾质量浓度为20%的乙醇溶液100 mL, 在氮气保护氛围下加入20g的水杨醛, 加热回流反应3h;

2) 在室温下, 在步骤1) 的反应体系中加入40g溴代正辛烷, 回流反应24h;

3) 采用旋转蒸发法蒸去步骤2) 中反应体系中的乙醇溶剂, 蒸去乙醇溶剂后的产物用质量浓度为2%的氢氧化钾溶液清洗, 之后采用乙醚萃取, 将萃取液水洗至中性;

4) 将步骤3)的萃取液采用无水硫酸镁干燥,减压蒸馏干燥后的萃取液得辛氧基苯甲醛单体;

5) 加入100g二甲基甲酰胺, 20mmol的4,4-二(二乙氧基磷酸)联苯苄醋, 30mmol辛氧基苯甲醛;

6) 在氮气保护下搅拌步骤5)的反应体系、加热反应体系到40℃, 加入40 mmol氢氧化钾;

7) 维持步骤6)的反应体系反应24h, 重结晶产物得到蓝光材料4,4'-二[2-(4-辛氧基苯基)乙烯基]联苯。

4、根据权利要求1所述的有机电致发光材料的制备方法, 其特征在于, 包括如下步骤:

1) 取加入氢氧化钾质量浓度为10%的氢氧化钾乙醇溶液70mL, 在氮气保护氛围下加入15g的水杨醛, 加热回流反应2h;

2) 在室温下, 在步骤1)的反应体系中加入30g溴代正辛烷, 回流反应14h;

3) 采用旋转蒸发法蒸去步骤2)中反应体系中的乙醇溶剂, 蒸去乙醇溶剂后的产物用质量浓度为2%的氢氧化钾溶液清洗, 之后采用乙醚萃取, 将萃取液水洗至中性;

4) 将步骤3)的萃取液采用无水硫酸镁干燥,减压蒸馏干燥后的萃取液得辛氧基苯甲醛单体;

5) 加入70g二甲基甲酰胺, 15mmol的4,4-二(二乙氧基磷酸)联苯苄醋, 7.5mmol辛氧基苯甲醛;

6) 在氮气保护下搅拌步骤5) 的反应体系、加热反应体系到45℃, 加入25 mmol氢氧化钾;

7) 维持步骤6) 的反应体系反应16h, 重结晶产物得到蓝光材料4,4'-二[2-(4-辛氧基苯基) 乙烯基]联苯。

一种有机电致发光材料的制备方法

技术领域

本发明属于电子材料技术领域，具体涉及一种有机电致发光材料的制备方法。

背景技术

有机电致发光材料以其具有发光亮度和发光效率高、色彩丰富、材料易加工等特点，并且可以通过改变分子的结构来调节发光颜色，从而成为电致发光领域内一个新的研究热点。有机电致发光显示器件目前的主流技术是采用发射红光、绿光、蓝光的有机电致发光材料依次排列形成像素单元来实现全彩显示，发射红光、绿光、蓝光的有机电致发光材料是必不可少的。目前发射红光和绿光的材料制备技术已比较成熟，而蓝光材料在色纯度及寿命等方面还存在一些问题，尚未得到很好解决。

发明内容

针对现有技术中蓝光材料在色纯度及寿命等方面尚未得到很好解决的技术问题，本发明提供一种有机电致发光材料及其制备方法，包括如下步骤：

1) 取加入氢氧化钾质量浓度为5-20%的乙醇溶液30-100mL，在氮气保护氛围下加入5-20g的水杨醛，回流反应1-3h；

2) 在室温下, 在步骤1) 的反应体系中加入10-40g溴代正辛烷, 回流反应4-24h。

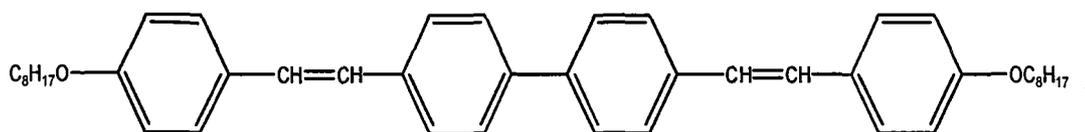
3) 采用旋转蒸发法蒸去步骤2) 中反应体系中的乙醇溶剂, 蒸去乙醇溶剂后的产物用质量浓度为2%的氢氧化钾溶液清洗, 之后采用乙醚萃取, 将萃取液水洗至中性。

4) 将步骤3) 的萃取液采用无水硫酸镁干燥, 减压蒸馏干燥后的萃取液得辛氧基苯甲醛单体。

5) 加入20-100g二甲基甲酰胺, 3-20mmol的 4,4'-二(二乙氧基膦酸)联苯苄醋, 7.5-50mmol辛氧基苯甲醛。

6) 在氮气保护下搅拌步骤5) 的反应体系、加热反应体系到40-50℃, 加入6-40 mmol氢氧化钾。

7) 维持步骤6) 的反应体系反应8-24h, 重结晶产物得到蓝光材料4,4'-二[2-(4-辛氧基苯基)乙烯基]联苯。



4,4'-二[2-(4-辛氧基苯基)乙烯基]联苯分子结构式

本发明合成了一种新型蓝光有机电致发光材料, 采用该材料制备的有机电致发光显示器件色坐标为(0.14, 0.15), 蓝光波长半峰宽为56nm, 在亮度为1000尼特的条件下寿命为20000小时。结果表明, 所合成的化合物是一种较为理想的蓝光材料, 采用该发光材料可制备有机电致发光显示器件。

具体实施例

实施例1

1) 取加入氢氧化钾质量浓度为5%的乙醇溶液30mL, 在氮气保护氛围下加入5g的水杨醛, 加热回流反应1h;

2) 在室温下, 在步骤1) 的反应体系中加入10g溴代正辛烷, 回流反应4h;

3) 采用旋转蒸发法蒸去步骤2) 中反应体系中的乙醇溶剂, 蒸去乙醇溶剂后的产物用质量浓度为2%的氢氧化钾溶液清洗, 之后采用乙醚萃取, 将萃取液水洗至中性

4) 将步骤3) 的萃取液采用无水硫酸镁干燥, 减压蒸馏干燥后的萃取液得辛氧基苯甲醛单体。

5) 加入20g二甲基甲酰胺, 3mmol的 4,4-二(二乙氧基磷酸)联苯苜醋, 50mmol辛氧基苯甲醛。

6) 在氮气保护下搅拌步骤5) 的反应体系、加热反应体系到50℃, 加入6 mmol氢氧化钾。

7) 维持步骤6) 的反应体系反应8h, 重结晶产物得到蓝光材料4,4'-二[2-(4-辛氧基苯基)乙烯基]联苯。

实施例2

1) 取加入氢氧化钾质量浓度为20%的乙醇溶液100 mL, 在氮气保护氛围下加入20g的水杨醛, 加热回流反应3h;

2) 在室温下, 在步骤1) 的反应体系中加入40g溴代正辛烷, 回流反应24h;

3) 采用旋转蒸发法蒸去步骤2) 中反应体系中的乙醇溶剂, 蒸去乙

醇溶剂后的产物用质量浓度为2%的氢氧化钾溶液清洗，之后采用乙醚萃取，将萃取液水洗至中性；

4) 将步骤3)的萃取液采用无水硫酸镁干燥，减压蒸馏干燥后的萃取液得辛氧基苯甲醛单体。

5) 加入100g二甲基甲酰胺，20mmol的4,4-二(二乙氧基磷酸)联苯苯醋，30mmol辛氧基苯甲醛。

6) 在氮气保护下搅拌步骤5)的反应体系、加热反应体系到40℃，加入40 mmol氢氧化钾。

7) 维持步骤6)的反应体系反应24h，重结晶产物得到蓝光材料4,4'-二[2-(4-辛氧基苯基)乙烯基]联苯。

实施例3

1) 取加入氢氧化钾质量浓度为10%的乙醇溶液70mL，在氮气保护氛围下加入15g的水杨醛，加热回流反应2h；

2) 在室温下，在步骤1)的反应体系中加入30g溴代正辛烷，回流反应14h；

3) 采用旋转蒸发法蒸去步骤2)中反应体系中的乙醇溶剂，蒸去乙醇溶剂后的产物用质量浓度为2%的氢氧化钾溶液清洗，之后采用乙醚萃取，将萃取液水洗至中性；

4) 将步骤3)的萃取液采用无水硫酸镁干燥，减压蒸馏干燥后的萃取液得辛氧基苯甲醛单体。

5) 加入100g二甲基甲酰胺，20mmol的4,4-二(二乙氧基磷酸)联苯苯醋，7.5mmol辛氧基苯甲醛。

6) 在氮气保护下搅拌步骤5)的反应体系、加热反应体系到40℃，

加入40 mmol氢氧化钾。

7) 维持步骤6) 的反应体系反应24h, 重结晶产物得到蓝光材料4,4'-二[2-(4-辛氧基苯基)乙烯基]联苯。

实施例4

1) 取加入氢氧化钾质量浓度为15%的乙醇溶液50ml, 在氮气保护氛围下加入18g的水杨醛, 加热回流反应2h;

2) 在室温下, 在步骤1) 的反应体系中加入30g溴代正辛烷, 回流反应14h;

3) 采用旋转蒸发法蒸去步骤2) 中反应体系中的乙醇溶剂, 蒸去乙醇溶剂后的产物用质量浓度为2%的氢氧化钾溶液清洗, 之后采用乙醚萃取, 将萃取液水洗至中性;

4) 将步骤3) 的萃取液采用无水硫酸镁干燥, 减压蒸馏干燥后的萃取液得辛氧基苯甲醛单体。

5) 加入70g二甲基甲酰胺, 15mmol的4,4-二(二乙氧基膦酸)联苯苄醋, 40mmol辛氧基苯甲醛。

6) 在氮气保护下搅拌步骤5) 的反应体系、加热反应体系到45℃, 加入25 mmol氢氧化钾。

7) 维持步骤6) 的反应体系反应16h, 重结晶产物得到蓝光材料4,4'-二[2-(4-辛氧基苯基)乙烯基]联苯。

专利名称(译)	一种有机电致发光材料的制备方法		
公开(公告)号	CN101514287A	公开(公告)日	2009-08-26
申请号	CN200910021733.2	申请日	2009-03-27
[标]申请(专利权)人(译)	彩虹集团公司		
申请(专利权)人(译)	彩虹集团公司		
当前申请(专利权)人(译)	彩虹集团公司		
[标]发明人	张志刚		
发明人	张志刚		
IPC分类号	C09K11/06		
代理人(译)	徐文权		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

本发明属于电子材料技术领域，具体涉及一种有机电致发光材料的制备方法。一种有机电致发光材料的制备方法，包括如下步骤：1)配制加入氢氧化钾的乙醇溶液，在氮气保护氛围下加入水杨醛，回流；2)在室温下，在反应体系中加入溴代正辛烷，回流；3)蒸去反应体系中的乙醇溶剂后，采用乙醚萃取，将萃取液水洗至中性；4)将萃取液干燥，减压蒸馏干燥后得辛氧基苯甲醛单体；5)加入二甲基甲酰胺及辛氧基苯甲醛；6)在氮气保护下搅拌反应体系、加热，加入氢氧化钾；7)维持反应体系，重结晶产物得到蓝光材料。采用该材料制备的有机电致发光显示器件色坐标为(0.14, 0.15)，蓝光波长半峰宽为56nm，在亮度为1000尼特的条件下寿命为20000小时。

