



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 103992344 B

(45)授权公告日 2017.01.04

(21)申请号 201410054959.3

(22)申请日 2014.02.18

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 103992344 A

(43)申请公布日 2014.08.20

(30)优先权数据

2013-029045 2013.02.18 JP

(73)专利权人 信越化学工业株式会社

地址 日本东京都

(72)发明人 伊藤雄佑 清森步

(74)专利代理机构 北京市隆安律师事务所

11323

代理人 权鲜枝

(51)Int.Cl.

C07F 7/10(2006.01)

C09K 11/06(2006.01)

C08L 83/04(2006.01)

C08K 5/544(2006.01)

(56)对比文件

CN 102558213 A, 2012.07.11,

Brett A. Kamino等, .Liquid

Triarylamines: The Scope and Limitations of Piers-Rubinsztajn Conditions for Obtaining Triarylamine-Siloxane Hybrid Materials.《The Journal of Organic Chemistry》.2012,第77卷第1663-1674页,尤其是第1665页方案1、右栏,第1667页方案3.

Jianfeng Li等, .Air-Stable, Cross-Linkable, Hole-Injecting/Transporting Interlayers for Improved Charge Injection in Organic Light-Emitting Diodes.《Chem. Mater.》.2008,第20卷(第15期),第4873-4882页.

Niko Haberkorn等, .Template-Based Preparation of Free-Standing Semiconducting Polymeric Nanorod Arrays on Conductive Substrates.《ACS APPLIED MATERIALS & INTERFACES》.2010,第1573-1580页.

审查员 姜平元

权利要求书3页 说明书22页

(54)发明名称

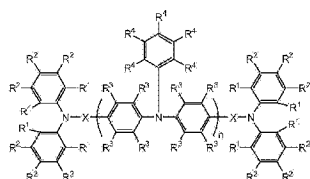
荧光化合物、产生其的方法和荧光树脂组合物

(57)摘要

本发明目的为提供一种具有与树脂的优良相容性并可以简单方式掺入到树脂组合物中的荧光化合物,一种产生其的方法,和含有其的荧光树脂组合物。本发明提供以下通式(1)代表的

碳原子的芳氧基,卤素原子,氢原子,氨基,氰基,含胺基团和含硅氧烷基团;前提条件是,当含胺基团作为取代基不被包括时, R^1 至 R^4 中至少一个为 S_x-A 代表的含硅氧烷基团,并且当含胺基团作为取代基被包括时, R^1 至 R^4 和含胺基团的取代基中的至少一个为 S_x-A 代表的含硅氧烷基团;一种产生其的方法;和一种含有其的荧光树脂组合物。

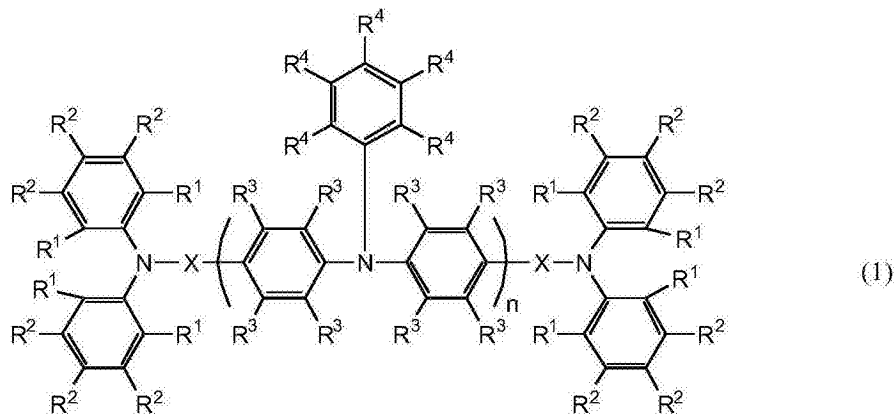
荧光化合物:



其

中 R^1 至 R^4 各独立地代表取代基,所述取代基选自具有1至20个碳原子的直链、支链或环状单价烃基,具有1至20个碳原子的烷氧基,具有6至20个

1. 一种由以下通式(1)代表的荧光化合物:

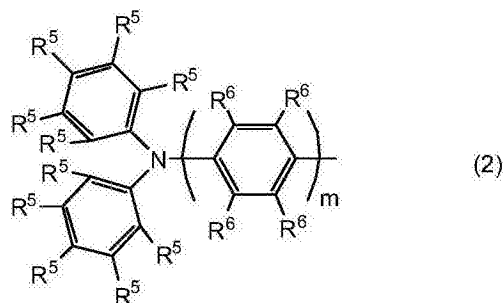


其中 R^1 至 R^4 各独立地代表取代基,所述取代基选自具有1至20个碳原子的直链、支链或环状单价烃基,具有1至20个碳原子的烷氧基,具有6至20个碳原子的芳氧基,卤素原子,氢原子,氨基,氰基,由以下通式(2)代表的含胺基团,和由以下通式(3)代表的含硅氧烷基团;或在直接结合至X的氮原子的邻位处,碳原子彼此结合而形成咔唑环结构,导致 R^1 不存在;

前提条件是,当所述通式(2)代表的含胺基团作为所述取代基不被包括时, R^1 至 R^4 中至少一者为所述以下通式(3)代表的含硅氧烷基团,并且当所述以下通式(2)代表的含胺基团作为所述取代基被包括时, R^1 至 R^6 中至少一者为所述以下通式(3)代表的含硅氧烷基团;

各X可以相同或不同,代表单键,或具有1至20个碳原子的直链、支链或环状二价烃基,并且所述碳原子中的一些可以被杂原子取代;和

n为0至5的整数:



其中 R^5 和 R^6 各独立地代表取代基,所述取代基选自具有1至20个碳原子的直链、支链或环状单价烃基,具有1至20个碳原子的烷氧基,具有6至20个碳原子的芳氧基,卤素原子,氢原子,氨基,和所述以下通式(3)代表的含硅氧烷基团;和

m为0或1;

S_x-A- (3)

其中 S_x 代表具有2至8个硅原子的直链、或支链有机硅氧烷基和结合到所述硅原子中至少一个的具有1至10个碳原子的单价烃基;和

A代表单键。

2. 根据权利要求1所述的荧光化合物,其中在所述通式(1)中,n为1、3、或5,并且至少一个 R^4 为所述通式(3)代表的含硅氧烷基团。

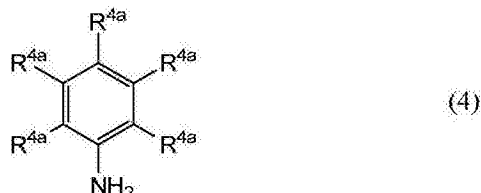
3. 根据权利要求1所述的荧光化合物,其中在所述通式(1)中,至少一个 R^2 为所述通式(2)代表的含胺基团,并且至少一个 R^5 为所述通式(3)代表的含硅氧烷基团。

4. 根据权利要求1所述的荧光化合物, 其中在所述通式(1)中, n 为0, 并且至少一个 R^2 为所述通式(3)代表的含硅氧烷的基团。

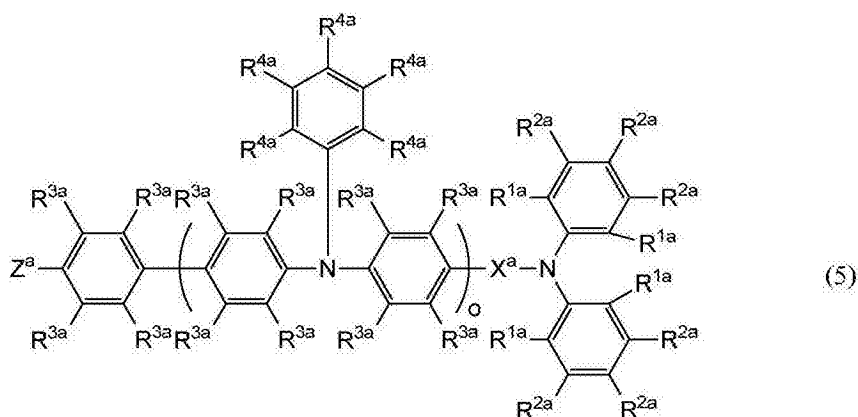
5. 一种荧光树脂组合物, 其包含根据权利要求1所述的荧光化合物和树脂。

6. 根据权利要求5所述的荧光树脂组合物, 其中所述树脂为硅树脂。

7. 一种产生根据权利要求2所述的荧光化合物的方法, 其包含在过渡金属催化剂的存在下使以下通式(4)代表的胺化合物与以下通式(5)代表的芳族卤素化合物反应的步骤:



其中 R^{4a} 等同于所述通式(1)中的 R^4 ;



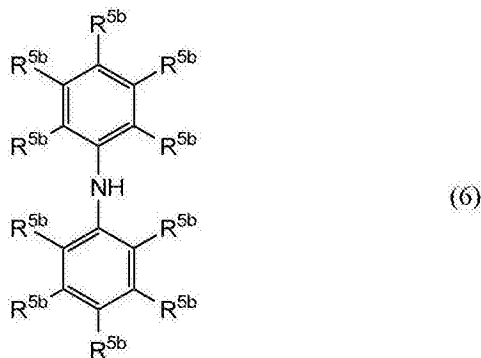
其中 R^{1a} 至 R^{4a} 分别等同于所述通式(1)中的 R^1 至 R^4 ;

Z^a 为卤素原子;

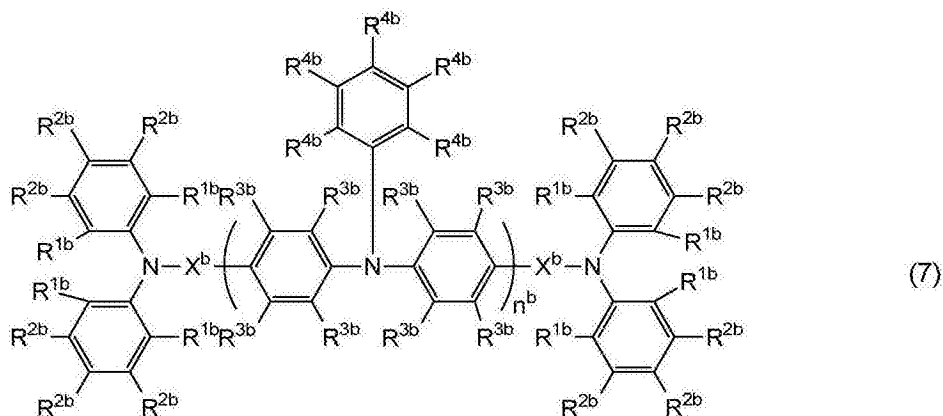
X^a 等同于通式(1)中的 X ; 和

o 代表0至2的整数, 并且与所述通式(1)中的 n 一起满足 $o = (n-1)/2$ 。

8. 一种产生根据权利要求3所述的荧光化合物的方法, 其包含在过渡金属催化剂的存在下使以下通式(6)代表的胺化合物与以下通式(7)代表的芳族卤素化合物反应的步骤:



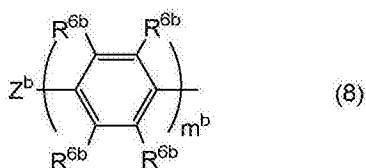
其中 R^{5b} 等同于所述通式(2)中的 R^5 ;



其中 R^{1b} 至 R^{4b} 分别等同于所述通式(1)中的 R^1 至 R^4 ;

X^b 等同于通式(1)中的 X ;和

n^b 等同于所述通式(1)中的 n ,前提条件是至少一个 R^{2b} 代表由通式(8)代表的取代基;

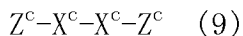


其中 R^{6b} 等同于所述通式(2)中的 R^6 ;

m^b 等同于通式(2)中的 m ;和

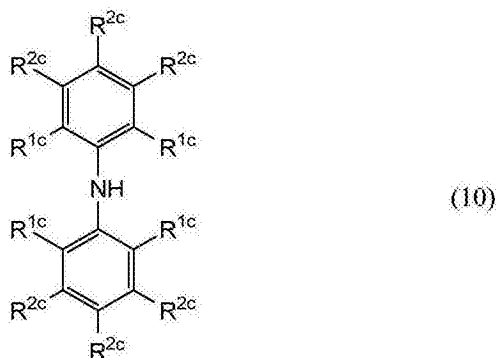
Z^b 为卤素原子。

9.一种产生根据权利要求4所述的荧光化合物的方法,其包含在过渡金属催化剂的存在下使以下通式(10)代表的胺化合物与以下通式(9)代表的芳族卤素化合物反应的步骤:



其中 X^c 等同于通式(1)中的 X ;和

Z^c 为卤素原子;



其中 R^{1c} 和 R^{2c} 分别等同于所述通式(1)中的 R^1 和 R^2 。

荧光化合物、产生其的方法和荧光树脂组合物

技术领域

[0001] 本发明涉及一种新型荧光化合物，一种用于产生其的方法和一种荧光树脂组合物。

背景技术

[0002] 具有荧光发色团(下文中称为“荧光化合物”)的有机化合物在纸张、纤维、树脂等等的着色剂中用作荧光油墨和颜料，因为它们比荧光无机化合物更廉价。

[0003] 着色剂一般分为两个类别：染料和颜料。颜料为具有发色团的分子的聚集体并且具有很大粒度。相比之下，染料为不溶于诸如溶剂和树脂的介质中的含发色团分子。一般来讲，颜料着色的材料在透射率、亮度和色彩饱和度方面比染料着色的材料低劣，因为颜料的着色剂具有更大粒度。

[0004] 一般来讲，除了其中分子之间发生化学反应的荧光标记，荧光化合物常常用作颜料。一个原因在于颜料可以增强耐光性，因为其一般具有很高的耐光性。另一个原因在于染料在低极性介质中具有低溶解度。

[0005] 出于上述原因，当树脂用荧光化合物着色时，具有相对高极性的树脂如丙烯酸类树脂和聚酯树脂也可用染料着色。相比之下，在具有低极性的树脂如聚烯烃树脂和有机硅树脂的情况下，因为染料的低溶解度而不可避免地使用颜料。在用颜料染色的情况下，颜料必须细磨至小于光波长的尺寸并且均匀分散在树脂中以便获得透明树脂组合物。然而，这种方法需要大量的能量和时间。

[0006] 作为一种用于增强低极性的树脂和荧光化合物之间相容性的方法，提出一种方法，其中荧光化合物结合到树脂。例如，专利文件1(日本专利特开平No. 2007-169535)描述一种通过将荧光化合物结合至氨基有机硅树脂而获得的有机硅树脂。

[0007] 用作荧光化合物的大量化合物是已知的。例如，可提供高亮度和高发光效率的光发射的三芳基胺衍生物可用作用于有机电致发光元件的发光材料(专利文件2：日本专利特开平No. 58-65440，和专利文件3：日本专利No. 3412348)。然而，专利文件2和专利文件3中公开的化合物在有机溶剂中溶解度较差并且与树脂相容性较差。因此，专利文件4(日本专利No. 3897879)提供一种化合物，其通过用烷氧基硅烷基修饰三芳基胺衍生物以增强其在有机溶剂中的溶解度来产生。

[0008] 另外，专利文件5(日本专利特开平No. 2007-63273)是指一种化合物，其通过使用硅氧烷基作为间隔基偶合三芳基胺的两个分子以增强其在有机溶剂中的溶解度来产生。

发明内容

[0009] 然而，需要进一步发展上述常规技术。例如，专利文件1中公开的方法并非优选的，因为该方法难以完全移除未反应荧光化合物，所述所述未反应荧光化合物在储存和使用期间聚集并沉积，导致外观和光学性质的改变。另外，该树脂(其为聚合物)具有分子量分布并且各分子的化学结构是非均相的。因此，其难以均相地在树脂内分布荧光化合物。此外，当

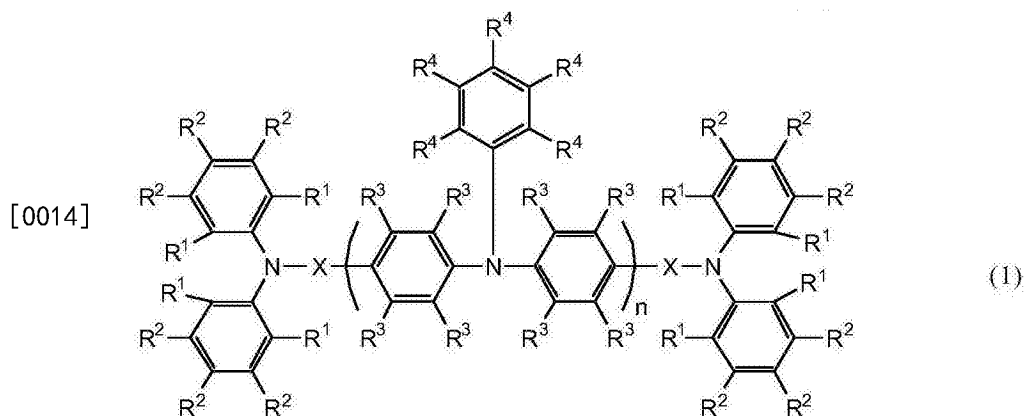
多种荧光取代基在分子内彼此接近时,激基缔合物发光可以改变色调。

[0010] 专利文件4(其为专利文件2和专利文件3的改进)中公开的方法的问题是处理和储存期间稳定性差,因为该烷氧基甲硅烷基为反应性的并且受到水解和脱水缩合。

[0011] 专利文件5中公开的方法提高有机溶剂中的溶解度。但其几乎不提高在低极性溶剂和树脂例如脂族烃类和有机硅树脂中的溶解度,并且难以将该化合物在这些溶剂或树脂中用作染料或荧光材料。

[0012] 已根据上述情况创作的本发明的目的是提供一种荧光化合物,其在有机溶剂中具有优良溶解度和与树脂或预聚物和单体、尤其是有机硅树脂的优良相容性,并且其可以以简单方式掺入到树脂组合物中,提供一种含有所述荧光化合物的荧光树脂组合物,和一种产生所述荧光化合物的方法。

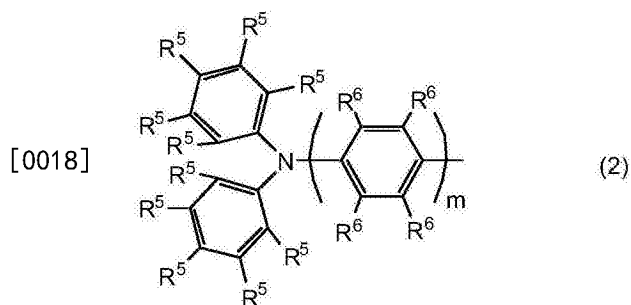
[0013] 也就是说,本发明提供一种以下通式(1)代表的荧光化合物:



[0015] 其中 R^1 至 R^4 各独立地代表取代基,所述取代基选自具有1至20个碳原子的直链、支链或环状单价烃基,具有1至20个碳原子的烷氧基,具有6至20个碳原子的芳氧基,卤素原子,氢原子,氨基,氰基,以下通式(2)代表的含胺基团,和以下通式(3)代表的含硅氧烷基团;或在直接结合至X的氮原子的邻位处,碳原子彼此结合而形成呋唑环结构,导致 R^1 不存在;前提条件是,当所述通式(2)代表的含胺基团作为所述取代基不被包括时, R^1 至 R^4 中至少一者为所述以下通式(3)代表的含硅氧烷基团,并且当所述通式(2)代表的含胺基团作为所述取代基被包括时, R^1 至 R^6 中至少一者为所述以下通式(3)代表的含硅氧烷基团;

[0016] 各X可以相同或不同,代表单键,或具有1至20个碳原子的直链、支链或环状二价烃基,并且所述碳原子中的一些可以被杂原子取代;和

[0017] n 为0至5的整数,



[0019] 其中 R^5 和 R^6 各独立地代表取代基,所述取代基选自具有1至20个碳原子的直链、支链或环状单价烃基,具有1至20个碳原子的烷氧基,具有6至20个碳原子的芳氧基,卤素原

子,氢原子,氨基,和所述以下通式(3)代表的含硅氧烷基团;和

[0020] m 为0或1。

[0021] S_x-A- (3)

[0022] 其中 S_x 代表具有2至10个硅原子的直链、支链或环状有机硅氧烷基和结合到至少一个所述硅原子的具有1至20个碳原子的单价烃基;和

[0023] A 代表单键,或可以含有 $-O-$ 、 $-S-$ 或 $-NR^0-$ 中的至少一者、或它们的组合的具有1至20个碳原子的直链、支链或环状二价烃基,前提条件是除非 A 为环状二价烃基,杂原子氧、硫和氮彼此不相邻,并且 R^0 为具有1至20个碳原子的单价烃基。

[0024] 一种优选的实施方案包括一种荧光化合物,其中在所述通式(1)中, n 为1、3、或5,并且至少一个 R^4 为所述通式(3)代表的含硅氧烷基团。

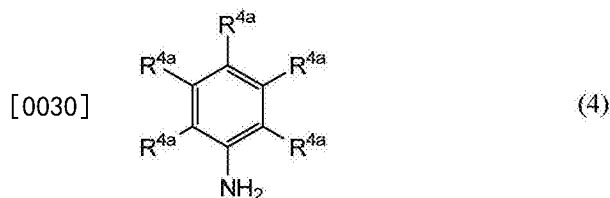
[0025] 另一个优选的实施方案包括一种荧光化合物,其中在所述通式(1)中,至少一个 R^2 为所述通式(2)代表的含胺基团,并且至少一个 R^5 为所述通式(3)代表的含硅氧烷基团。

[0026] 另一种优选的实施方案包括一种荧光化合物,其中在所述通式(1)中, n 为0,并且至少一个 R^2 为所述通式(3)代表的含硅氧烷基团。

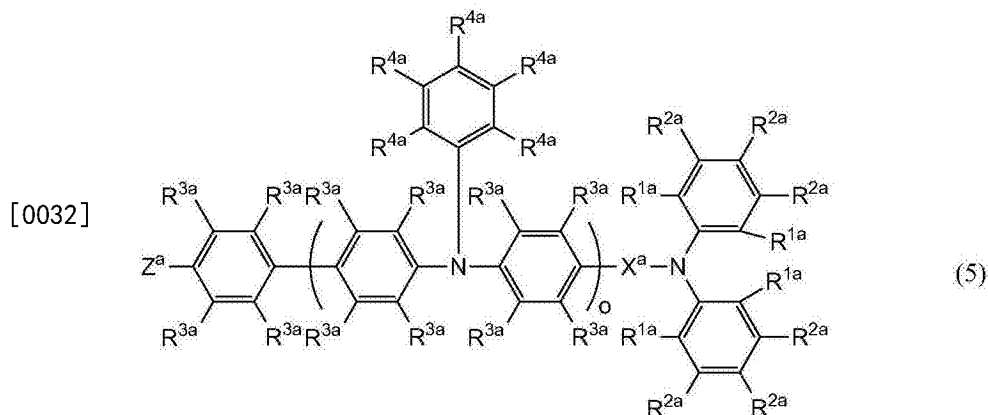
[0027] 根据另一个实施方案,本发明为一种荧光树脂组合物,其包含上述荧光化合物中任一者和树脂。

[0028] 在优选的实施方案中,该树脂为硅树脂。

[0029] 根据另一个方面,本发明为一种产生通式(1)的荧光化合物的方法,其中 n 为1、3、或5,并且至少一个 R^4 为通式(3)代表的含硅氧烷基团,所述方法包含在过渡金属催化剂的存在下,使以下通式(4)代表的胺化合物与以下通式(5)代表的芳族卤素化合物反应的步骤:



[0031] 其中 R^{4a} 等同于所述通式(1)中的 R^4 ;



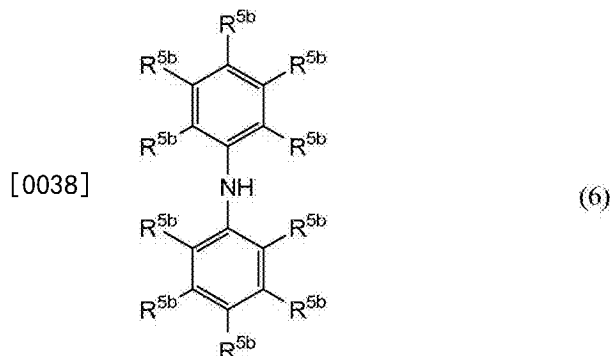
[0033] 其中 R^{1a} 至 R^{4a} 分别等同于所述通式(1)中的 R^1 至 R^4 ;

[0034] Z^a 为卤素原子;

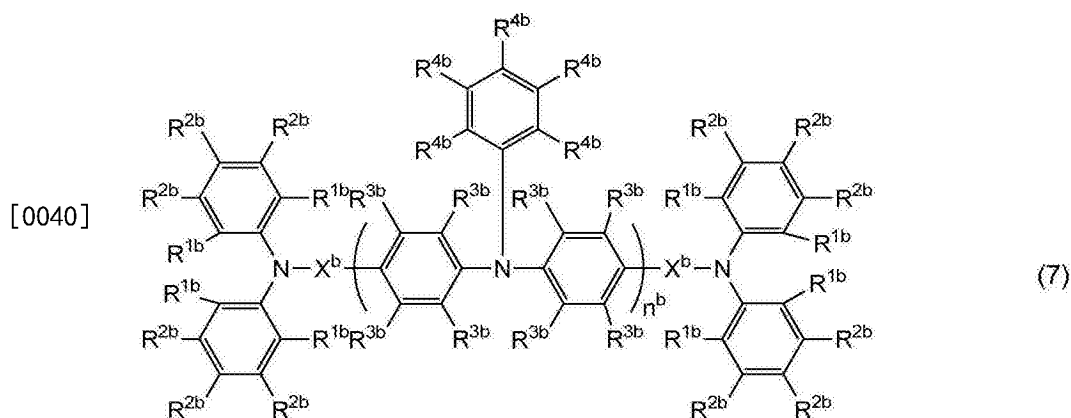
[0035] X^a 等同于通式(1)中的 X ;和

[0036] o 代表0至2的整数,并且与所述通式(1)中的 n 一起满足 $o=(n-1)/2$ 。

[0037] 根据另一个方面,本发明为一种产生通式(1)的荧光化合物的方法,其中至少一个 R^2 为通式(2)代表的含胺基团,并且至少一个 R^5 为通式(3)代表的含硅氧烷基团,所述方法包含在过渡金属催化剂的存在下,使以下通式(6)代表的胺化合物与以下通式(7)代表的芳族卤素化合物反应的步骤:



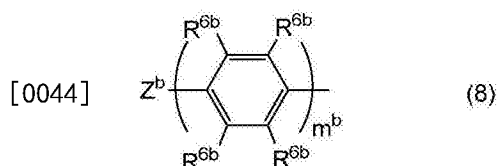
[0039] 其中 R^{5b} 等同于所述通式(2)中的 R^5 ;



[0041] 其中 R^{1b} 至 R^{4b} 分别等同于所述通式(1)中的 R^1 至 R^4 ;

[0042] X^b 等同于通式(1)中的 X ;和

[0043] n^b 等同于通式(1)中的 n ;



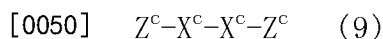
[0045] 其中 R^{6b} 等同于所述通式(2)中的 R^6 ;

[0046] m^b 等同于通式(2)中的 m ;和

[0047] Z^b 为卤素原子;

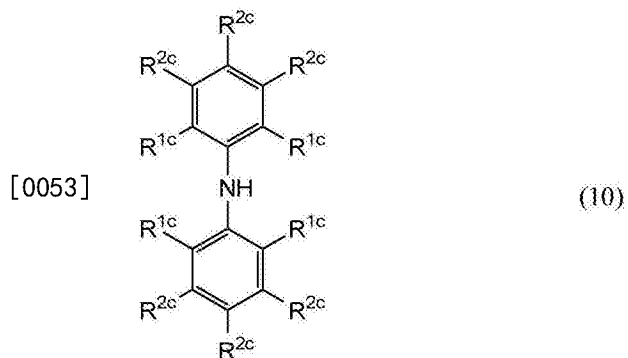
[0048] 前提条件是至少一个 R^{2b} 代表由通式(8)代表的取代基。

[0049] 根据另一个方面,本发明为一种产生通式(1)的荧光化合物的方法,其中 n 为0,并且至少一个 R^2 为通式(3)代表的含硅氧烷基团,所述方法包含在过渡金属催化剂的存在下,使以下通式(10)代表的胺化合物与以下通式(9)代表的芳族卤素化合物反应的步骤:



[0051] 其中 X^c 等同于通式(1)中的 X ;和

[0052] Z^c 为卤素原子；



[0054] 其中 R^{1c} 和 R^{2c} 分别等同于所述通式(1)中的 R^1 和 R^2 。

[0055] 根据本发明的荧光化合物在有机溶剂中具有优良溶解度和与低极性树脂的优良相容性,并且具有作为荧光化合物的完全荧光性质。另外,荧光树脂组合物可以使用本发明的荧光化合物以简单方式产生。此外,根据本发明的荧光树脂组合物具有优良的透射率、亮度和色彩饱和度,并且可以被优选使用于特别是例如荧光油墨、波长转换材料和染料激光器的应用中。

具体实施方式

[0056] 本发明将描述以下参考的实施方案。

[0057] [荧光化合物]

[0058] 根据一个实施方案,本发明为荧光化合物。根据本实施方案的荧光化合物由上述通式(1)代表。

[0059] 在通式(1)中, R^1 至 R^4 可以相同或不同,并且代表取代基,所述取代基选自具有1至20个碳原子、优选1至12个碳原子的直链、支链或环状单价烃基;具有1至20个碳原子、优选1至12个碳原子的烷氧基;具有6至20个碳原子、优选6至12个碳原子的芳氧基;卤素原子,氢原子,氨基,氰基,上述通式(2)代表的含胺基团,和上述通式(3)代表的含硅氧烷基团;或在直接结合至X的氮原子的邻位处,碳原子彼此结合而形成咪唑环结构,导致 R^1 不存在。

[0060] 当通式(2)代表的含胺基团作为取代基不被包括时, R^1 至 R^4 中至少一者为上述通式(3)代表的含硅氧烷基团。相比之下,在通式(1)中,当上述通式(2)代表的含胺基团作为取代基被包括时, R^1 至 R^6 中至少一者为上述通式(3)代表的含硅氧烷基团。

[0061] 可以构成 R^1 至 R^4 的上述单价烃基的具体实例包括直链饱和烃基团,例如甲基、乙基、丙基、丁基、己基、庚基、辛基、壬基、癸基、十一烷基、十二烷基、十四烷基、十六烷基、十八烷基和二十烷基,支链饱和烃基团,例如异丙基、异丁基、仲丁基、叔丁基、戊基、环戊基、异戊基、2-戊基、3-戊基和叔戊基;环状饱和烃基团,例如环己基和环戊基;不饱和烃基团,例如烯基,例如乙烯基、烯丙基、丙烯基、1-甲基丙烯基、丁烯基、戊烯基、己烯基、庚烯基、辛烯基、壬烯基、癸烯基、十一碳烯基和十八烯基,和炔基,例如乙炔基和丙炔基;芳基,例如苯基、萘基、苯甲基、苯乙基、苯丙基、2-甲基苯基、3-甲基苯基、4-甲基苯基、2,4-二甲基苯基、3,5-二甲基苯基、3,5-二叔丁基苯基和联苯基,和芳基烃基团,例如芳烷基。

[0062] 这些当中,特别优选的是甲基、乙基、丙基、异丙基、丁基、异丁基、仲丁基、叔丁基、戊基、己基、庚基、辛基、壬基、癸基、十一烷基、十二烷基、乙烯基、烯丙基和苯基基团。

[0063] 上述烷氧基的实例包括甲氧基、乙氧基、丁氧基、叔丁氧基和己氧基。

[0064] 上述芳氧基的实例包括苯氧基、对甲基苯氧基和萘氧基。

[0065] 上述卤素原子的实例包括氟、氯、溴和碘。

[0066] 上述氨基的实例包括二甲氨基和二乙氨基。

[0067] 在上述通式(2)中, R^5 和 R^6 可以相同或不同,并且代表取代基,所述取代基选自具有1至20个碳原子、优选1至12个碳原子的直链、支链或环状单价烃基;具有1至20个碳原子、优选1至12个碳原子的烷氧基;具有6至20个碳原子、优选6至12个碳原子的芳氧基;卤素原子,氢原子,氨基,和上述通式(3)的代表的含硅氧烷基团。 m 为0或1。

[0068] 可以构成 R^5 和 R^6 的单价烃基、烷氧基、芳氧基、卤素原子和氨基的实例与通式(1)中对 R^1 至 R^4 所述那些相同。

[0069] 在上述通式(3)中, S_x 代表具有2至10个硅原子、优选2至8个硅原子且从耐热性角度来看更优选2至6个硅原子的直链、支链或环状有机硅氧烷基,并且还包含具有结合到至少一个所述硅原子的1至20个碳原子、优选1至10个碳原子和更优选1至6个碳原子的单价烃基。较大数量的硅原子增加有机溶剂中的溶解度,但可以降低耐热性。

[0070] 待结合到硅原子的单价烃基的实例包括烷基,例如甲基、乙基、丙基、异丙基、丁基、仲丁基和叔丁基;环烷基,例如环己基;芳基,例如苯基、甲苯基和萘基;烯基,例如乙烯基、烯丙基、丙烯基和丁烯基;和芳烷基,例如苯甲基和苯乙基。例如, S_x 中待结合至硅原子的单价烃基的数量为1至10、优选1至8并且更优选1至6。

[0071] S_x 的具体实例包括直链有机硅氧烷基,例如五甲基二硅氧烷-1-基、3,3,3-三乙基-1,1-二甲基二硅氧烷-1-基、五乙基二硅氧烷-1-基、3-乙基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基、3-苯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基、3-叔丁基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基、3,3,3-三异丙基-1,1-二甲基二硅氧烷-1-基、3-苯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基、1,1-二苯基-3,3,3-三甲基二硅氧烷-1-基、3,3-二苯基-1,1,3-三甲基二硅氧烷-1-基、3,3,3-三苯基-1,1-二甲基二硅氧烷-1-基、3-甲基-1,1,3,3-四苯基二硅氧烷-1-基、五苯基二硅氧烷-1-基、1-环己基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基、七甲基三硅氧烷-1-基、5-苯基-1,1,3,3,5,5-六甲基三硅氧烷-1-基、5,5-二苯基-1,1,3,3,5-五甲基三硅氧烷-1-基、5,5,5-三苯基-1,1,3,3-四甲基三硅氧烷-1-基、3,3,5-三苯基-1,1,5,5-四甲基三硅氧烷-1-基、七苯基三硅氧烷-1-基、九甲基四硅氧烷-1-基、7,7,7-三苯基-1,1,3,3,5,5-六甲基四硅氧烷-1-基、5,5,7,7,7-五苯基-1,1,3,3-四甲基四硅氧烷-1-基、3,3,5,5,7,7,7-七苯基-1,1-二甲基四硅氧烷-1-基、九苯基四硅氧烷-1-基、十一甲基五硅氧烷-1-基、9,9,9-三苯基-1,1,3,3,5,5,7,7-八甲基五硅氧烷-1-基、7,7,9,9,9-五苯基-1,1,3,3,5,5-六甲基五硅氧烷-1-基、5,5,7,7,9,9,9-七苯基-1,1,3,3-四甲基五硅氧烷-1-基、3,3,5,5,7,7,9,9,9-十苯基-1,1-二甲基五硅氧烷-1-基、十一苯基五硅氧烷-1-基、十三甲基六硅氧烷-1-基、十五甲基七硅氧烷-1-基、十七甲基八硅氧烷-1-基、十九甲基九硅氧烷-1-基和二十一甲基十硅氧烷-1-基;支链有机硅氧烷基,例如1-三甲基硅氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基、1-苯基二甲基甲硅烷氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基、1-苯基二甲基甲硅烷氧基-3-苯基-1,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基、1-苯基二甲基甲硅烷氧基-1,3-二苯基-3,3-二甲基二硅氧烷-1-基、1,1,5,5-四苯基-1,3,5-三甲基三硅氧烷-3-基、1,1,1,5,5,5-六苯基-3-甲基三硅氧烷-3-基、1-三甲基硅氧基-1,3,3,5,5,5-六甲基三硅氧烷-1-基、1-五甲

基二硅氧烷基氧基-1,3,3,5,5,5-六甲基三硅氧烷-1-基、1-三甲基硅氧基-1,3,3,5,5,7,7,7-八甲基四硅氧烷-1-基、1,1-双(三甲基硅氧基)-3,3,3-三甲基二硅氧烷-1-基、1-三苯基甲硅烷氧基-1,3,3,3-四苯基二硅氧烷-1-基、1-三苯基甲硅烷氧基-1,3,3,5,5,5-六苯基三硅氧烷-1-基、1-五苯基二硅氧烷基氧基-1,3,3,5,5,5-六苯基三硅氧烷-1-基、1-三苯基甲硅烷氧基-3,5,5,7,7,9,9,9-八苯基四硅氧烷-1-基和1,1-双(三苯基甲硅烷氧基)-3,3,3-三苯基二硅氧烷-1-基;环状有机硅氧烷基,例如1,3,3,5,5,7,7-七甲基环四硅氧烷-1-基、1,3,5,7-四甲基-3,5,7-三乙烯基环四硅氧烷-1-基、1,3,3,5,5,7,7-七苯基环四硅氧烷-1-基和1,3,5,7-四苯基-3,5,7-三乙烯基环四硅氧烷-1-基。

[0072] 这些当中,从便于合成的角度来看,特别优选的是将五甲基二硅氧烷-1-基、七甲基三硅氧烷-1-基、九甲基四硅氧烷-1-基、十一甲基五硅氧烷-1-基、1-三甲基硅氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基、1,3,3,5,5,7,7-七甲基环四硅氧烷-1-基、五苯基二硅氧烷-1-基、七苯基三硅氧烷-1-基、九苯基四硅氧烷-1-基、十一苯基五硅氧烷-1-基、1-三苯基甲硅烷氧基-1,3,3,3-四苯基二硅氧烷-1-基和1,3,3,5,5,7,7-七苯基环四硅氧烷-1-基用作 S_x 。

[0073] 在上述通式(3)中,A代表单键,或具有1至20个碳原子、优选1至12个碳原子的直链、支链或环状二价烃基团,其可以含有至少一个-O-、-S-或-NR⁰-或它们的组合,前提条件是除非A为环状二价烃基团,杂原子氧、硫和氮彼此不相邻。R⁰为具有1至20个碳原子的单价烃基。

[0074] R⁰为具有1至20个碳原子、优选1至12个碳原子的单价烃基,并且特定地包括直链饱和烃基团,例如甲基、乙基、丙基、丁基、己基、戊基、辛基、癸基、十二烷基、十四烷基、十六烷基、十八烷基和二十烷基;支链饱和烃基团,例如异丙基、异丁基、仲丁基、叔丁基、异戊基;2-戊基、3-戊基和叔戊基;饱和烃基团,例如环状烷基,例如环己基和环戊基;不饱和烃基团,例如烯基,例如乙烯基、烯丙基、丙烯基、1-甲基丙烯基、丁烯基、戊烯基、己烯基、庚烯基、辛烯基、壬烯基、癸烯基、十一碳烯基和十八烯基;和炔基;和芳族烃基团,例如芳基,例如苯基、萘基、苯甲基、苯乙基、苯丙基、2-甲基苯基、3-甲基苯基、4-甲基苯基、2,4-二甲基苯基、3,5-二甲基苯基和3,5-二-叔-丁基苯基,和芳烷基。这些当中,特别优选的是甲基、乙基、丙基、异丙基、丁基、异丁基、仲丁基、叔丁基、戊基、己基、辛基、癸基、十二烷基、乙烯基、烯丙基和苯基基团。通式(3)可以包括多个R⁰基团,其可以是相同或不同的。

[0075] A代表的取代基的具体实例包括单键;直链、支链或环状脂族二价烃基团,例如亚甲基、1,2-乙二基、1,1-乙二基、1,2-亚乙二基、1,1-亚乙二基、1,3-丙二基、1,2-丙二基、2-甲基-1,3-丙二基、1,3-丁二基、1,4-丁二基、1,5-戊二基、1,6-己二基、1,4-环己二基、1,7-庚二基、1,8-辛二基、1,9-壬二基、1,10-癸二基、1,11-十一烷二基、1,12-十二烷二基、1,13-十三烷二基、1,14-十四烷二基、1,15-十五烷二基、1,16-十六烷二基、1,17-十七烷二基、1,18-十八烷二基、1,19-十九烷二基和1,20-二十烷二基;芳族二价烃基团,例如1,3-苯二基、1,4-苯二基、2-甲基-1,4-苯二基、3-甲基-1,4-苯二基、2,5-二甲基-1,4-苯二基、1,8-萘二基、2,7-萘二基、1,4-蒽二基、1,5-蒽二基、2,6-蒽二基、9,10-蒽二基、1,6-嵌二萘二基、1,8-嵌二萘二基、2,7-嵌二萘二基、4,9-嵌二萘二基、4-乙苯-1,2'-二基和4-丙基苯-1,3'-二基;含杂原子二价烃基团,例如2-氧杂-1,3-丙二基、3-氧杂-1,5-戊二基、3-氧杂-2-甲基-1,5-戊二基、3-氧杂-1,6-己二基、3-氧杂-2-甲基-1,5-己二基、3-氧杂-2-甲基-1,6-

己二基、3,6-二氧杂-1,8-辛二基、3,7-二氧杂-1,9-壬二基、3-甲基-3-氮杂-1,5-戊二基、3-甲基-3-氮杂-1,6-己二基、3-苯基-3-氮杂-1,6-己二基、3-甲基-3-氮杂-7-氧杂-1,9-壬二基、3-硫代-1,5-戊二基、3,6-二硫代-1,8-辛二基、2,5-呋喃二基、2,5-噻吩二基、1,2,4-噁二唑-3,5-二基、1,3,4-噁二唑-2,5-二基、1,2,4-噻二唑-3,5-二基和1,3,4-硫代二唑-2,5-二基。

[0076] 这些当中,从能够赋予更高溶解度的角度来看,特别优选的是将单键、亚甲基、1,2-乙二基、1,3-丙二基、2-甲基-1,3-丙二基、1,4-丁二基、1,5-戊二基、1,6-己二基、1,7-庚二基、1,8-辛二基、1,9-壬二基、1,10-癸二基和1,11-十一烷二基用作A代表的取代基。

[0077] 在通式(3)中, S_x 和A的任何组合是可能的。在其中 S_x 为十一甲基五硅氧烷-1-基的情况下,通式(3)代表的含硅氧烷基团的具体实例包括硅氧烷基,例如十一甲基五硅氧烷-1-基;取代的烃基团,例如十一甲基五硅氧烷-1-基甲基、2-(十一甲基五硅氧烷-1-基)乙基、1-(十一甲基五硅氧烷-1-基)乙基、2-(十一甲基五硅氧烷-1-基)乙烯基、3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙基、2-甲基-3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙基、4-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丁基、5-(十一甲基五硅氧烷-1-基)戊基、6-(十一甲基五硅氧烷-1-基)己基、7-(十一甲基五硅氧烷-1-基)庚基、8-(十一甲基五硅氧烷-1-基)辛基、9-(十一甲基五硅氧烷-1-基)壬基、10-(十一甲基五硅氧烷-1-基)癸基、11-(十一甲基五硅氧烷-1-基)十一烷基、12-(十一甲基五硅氧烷-1-基)十二烷基、14-(十一甲基五硅氧烷-1-基)十四烷基、16-(十一甲基五硅氧烷-1-基)十六烷基、18-(十一甲基五硅氧烷-1-基)十八烷基、20-(十一甲基五硅氧烷-1-基)二十烷基、4-(十一甲基五硅氧烷-1-基)苯基、3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)苯基、4-[2-(十一甲基五硅氧烷-1-基)乙基]苯基、4-[3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙基]苯基、4-[2-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙基]苯基、2-{2-(十一甲基五硅氧烷-1-基)乙氧基}乙基、3-{2-(十一甲基五硅氧烷-1-基)乙氧基}丙基、2-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基}乙基、2-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基}丙基、2-{2-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基}乙氧基}乙基、2-{2-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基}丙氧基}乙基和2-{2-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基}丙氧基}丙基;取代的有机氧基,例如(十一甲基五硅氧烷-1-基)甲氧基、2-(十一甲基五硅氧烷-1-基)乙氧基、3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基、2-甲基-3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基、3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丁氧基、4-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丁氧基、4-(十一甲基五硅氧烷-1-基)苯氧基、2-{2-(十一甲基五硅氧烷-1-基)乙氧基}乙氧基、3-{2-(十一甲基五硅氧烷-1-基)乙氧基}丙氧基、2-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基}乙氧基、2-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基}丙氧基、2-{2-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基}乙氧基}乙氧基、2-{2-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基}丙氧基}乙氧基、2-{2-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基}丙氧基}丙氧基、2-[N-甲基-N-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙基}氨基]乙氧基、2-[N-甲基-N-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙基}氨基]乙氧基、1-甲基-2-[N-甲基-N-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙基}氨基]乙氧基和2-{2-(十一甲基五硅氧烷-1-基)乙基硫烷基}乙氧基;取代的有机氧基羰基,例如(十一甲基五硅氧烷-1-基)甲氧羰基、2-(十一甲基五硅氧烷-1-基)乙氧羰基、3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧羰基、2-甲基-3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧羰基、3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丁氧羰基、4-(十一甲基五硅氧烷-1-基)苯氧羰基、2-{2-(十一甲基五硅氧烷-1-基)乙氧基}乙氧羰基、3-{2-(十一甲基五硅氧烷-1-

基)乙氧基}丙氧基羰基、2-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基}乙氧基羰基、2-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基}丙氧基羰基、2-{2-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基}乙氧基}乙氧基羰基、2-{2-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基}丙氧基}乙氧基羰基、2-{2-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基}丙氧基}丙氧基羰基、2-[N-甲基-N-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙基}氨基]乙氧基羰基、2-[N-甲基-N-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙基}氨基]乙氧基羰基、1-甲基-2-[N-甲基-N-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙基}氨基]乙氧基羰基和2-{2-(十一甲基五硅氧烷-1-基)乙基硫烷基}乙氧基羰基;取代的酰氧基基团,例如(十一甲基五硅氧烷-1-基)乙酰氧基、3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙酰基氧基、2-甲基-3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙酰基氧基、5-(十一甲基五硅氧烷-1-基)戊酰基氧基、6-(十一甲基五硅氧烷-1-基)己酰基氧基、11-(十一甲基五硅氧烷-1-基)十一酰基氧基、4-(十一甲基五硅氧烷-1-基)苯甲酰氧基、{2-(十一甲基五硅氧烷-1-基)乙氧基}乙酰基、3-{2-(十一甲基五硅氧烷-1-基)乙氧基}丙酰基氧基、{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基}乙酰氧基、3-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基}丙酰基氧基、{2-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基}乙氧基}乙酰氧基、{2-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙氧基}丙氧基}乙酰氧基、3-[N-甲基-N-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙基}氨基]丙酰基氧基和3-[N-甲基-N-{3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙基}氨基]丙酰基氧基。

[0078] 通式(3)代表的基团优选是通过组合上述S_x的优选实例和上述A的优选实例获得的基团。特别地,更优选的是五甲基二硅氧烷-1-基、七甲基三硅氧烷-1-基、九甲基四硅氧烷-1-基、十一甲基五硅氧烷-1-基、1-三甲基硅氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基、1,3,3,5,5,7,7-七甲基环四硅氧烷-1-基、五苯基二硅氧烷-1-基、七苯基三硅氧烷-1-基、九苯基四硅氧烷-1-基、十一苯基五硅氧烷-1-基、1-三苯基甲硅烷氧基-1,3,3,3-四苯基二硅氧烷-1-基、1,3,3,5,5,7,7-七苯基环四硅氧烷-1-基、3-(五甲基二硅氧烷-1-基)丙基、3-(七甲基三硅氧烷-1-基)丙基、3-(九甲基四硅氧烷-1-基)丙基、3-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丙基、3-(1-三甲基硅氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)丙基、3-(1,3,3,5,5,7,7-七甲基环四硅氧烷-1-基)丙基、3-(五苯基二硅氧烷-1-基)丙基、3-(七苯基三硅氧烷-1-基)丙基、3-(九苯基四硅氧烷-1-基)丙基基团、3-(十一苯基五硅氧烷-1-基)丙基、3-(1-三苯基甲硅烷氧基-1,3,3,3-四苯基二硅氧烷-1-基)丙基、3-(1,3,3,5,5,7,7-七苯基环四硅氧烷-1-基)丙基、4-(五甲基二硅氧烷-1-基)丁基、4-(七甲基三硅氧烷-1-基)丁基、3-(九甲基四硅氧烷-1-基)丁基、4-(十一甲基五硅氧烷-1-基)丁基、4-(1-三甲基硅氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)丁基、4-(1,3,3,5,5,7,7-七甲基环四硅氧烷-1-基)丁基、4-(五苯基二硅氧烷-1-基)丁基、4-(七苯基三硅氧烷-1-基)丁基、3-(九苯基四硅氧烷-1-基)丁基、4-(十一苯基五硅氧烷-1-基)丁基、4-(1-三苯基甲硅烷氧基-1,3,3,3-四苯基二硅氧烷-1-基)丁基、4-(1,3,3,5,5,7,7-七苯基环四硅氧烷-1-基)丁基、5-(五甲基二硅氧烷-1-基)戊基、5-(七甲基三硅氧烷-1-基)戊基、5-(九甲基四硅氧烷-1-基)戊基、5-(十一甲基五硅氧烷-1-基)戊基、5-(1-三甲基硅氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)戊基、5-(1,3,3,5,5,7,7-七甲基环四硅氧烷-1-基)戊基、5-(五苯基二硅氧烷-1-基)戊基、5-(七苯基三硅氧烷-1-基)戊基、5-(九苯基四硅氧烷-1-基)戊基、5-(十一苯基五硅氧烷-1-基)戊基、5-(1-三苯基甲硅烷氧基-1,3,3,3-四苯基二硅氧烷-1-基)戊基、5-(1,3,3,5,5,7,7-七苯基环四硅氧烷-1-基)戊基、6-(五甲基二硅氧烷-1-基)己基、6-(七甲基三硅氧烷-1-基)己基、6-(壬甲

基四硅氧烷-1-基)己基、6-(十一甲基五硅氧烷-1-基)己基、6-(1-三甲基硅氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)己基、6-(1,3,3,5,5,7,7-七甲基环四硅氧烷-1-基)己基、6-(五苯基二硅氧烷-1-基)己基、6-(七苯基三硅氧烷-1-基)己基、6-(壬苯基四硅氧烷-1-基)己基、6-(十一苯基五硅氧烷-1-基)己基、6-(1-三苯基甲硅烷氧基-1,3,3,3-四苯基二硅氧烷-1-基)己基、6-(1,3,3,5,5,7,7-七苯基环四硅氧烷-1-基)己基、7-(五甲基二硅氧烷-1-基)庚基、7-(七甲基三硅氧烷-1-基)庚基、7-(壬甲基四硅氧烷-1-基)庚基、7-(十一甲基五硅氧烷-1-基)庚基、7-(1-三甲基硅氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)庚基、7-(1,3,3,5,5,7,7-七甲基环四硅氧烷-1-基)庚基、7-(五苯基二硅氧烷-1-基)庚基、7-(七苯基三硅氧烷-1-基)庚基、7-(壬苯基四硅氧烷-1-基)庚基、7-(十一苯基五硅氧烷-1-基)庚基、7-(1-三苯基甲硅烷氧基-1,3,3,3-四苯基二硅氧烷-1-基)庚基、7-(1,3,3,5,5,7,7-七苯基环四硅氧烷-1-基)庚基、8-(五甲基二硅氧烷-1-基)辛基、8-(七甲基三硅氧烷-1-基)辛基、8-(壬甲基四硅氧烷-1-基)辛基、8-(十一甲基五硅氧烷-1-基)辛基、8-(1-三甲基硅氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)辛基、8-(1,3,3,5,5,7,7-七甲基环四硅氧烷-1-基)辛基、8-(五苯基二硅氧烷-1-基)辛基、8-(七苯基三硅氧烷-1-基)辛基、8-(壬苯基四硅氧烷-1-基)辛基、8-(十一苯基五硅氧烷-1-基)辛基、8-(1-三苯基甲硅烷氧基-1,3,3,3-四苯基二硅氧烷-1-基)辛基、8-(1,3,3,5,5,7,7-七苯基环四硅氧烷-1-基)辛基、9-(五甲基二硅氧烷-1-基)壬基、9-(七甲基三硅氧烷-1-基)壬基、9-(壬甲基四硅氧烷-1-基)壬基、9-(十一甲基五硅氧烷-1-基)壬基、9-(1-三甲基硅氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)壬基、9-(1,3,3,5,5,7,7-七甲基环四硅氧烷-1-基)壬基、9-(五苯基二硅氧烷-1-基)壬基、9-(七苯基三硅氧烷-1-基)壬基、9-(壬苯基四硅氧烷-1-基)壬基、9-(十一苯基五硅氧烷-1-基)壬基、9-(1-三苯基甲硅烷氧基-1,3,3,3-四苯基二硅氧烷-1-基)壬基、9-(1,3,3,5,5,7,7-七苯基环四硅氧烷-1-基)壬基、10-(五甲基二硅氧烷-1-基)癸基、10-(七甲基三硅氧烷-1-基)癸基、10-(壬甲基四硅氧烷-1-基)癸基、10-(十一甲基五硅氧烷-1-基)癸基、10-(1-三甲基硅氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)癸基、10-(1,3,3,5,5,7,7-七甲基环四硅氧烷-1-基)癸基、10-(五苯基二硅氧烷-1-基)癸基、10-(七苯基三硅氧烷-1-基)癸基、10-(壬苯基四硅氧烷-1-基)癸基、10-(十一苯基五硅氧烷-1-基)癸基、10-(1-三苯基甲硅烷氧基-1,3,3,3-四苯基二硅氧烷-1-基)癸基、10-(1,3,3,5,5,7,7-七苯基环四硅氧烷-1-基)癸基、11-(五甲基二硅氧烷-1-基)十一烷基、11-(七甲基三硅氧烷-1-基)十一烷基、11-(壬甲基四硅氧烷-1-基)十一烷基、11-(十一甲基五硅氧烷-1-基)十一烷基、11-(1-三甲基硅氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)十一烷基、11-(1,3,3,5,5,7,7-七甲基环四硅氧烷-1-基)十一烷基、11-(五苯基二硅氧烷-1-基)十一烷基、11-(七苯基三硅氧烷-1-基)十一烷基、11-(壬苯基四硅氧烷-1-基)十一烷基、11-(十一苯基五硅氧烷-1-基)十一烷基、11-(1-三苯基甲硅烷氧基-1,3,3,3-四苯基二硅氧烷-1-基)十一烷基和11-(1,3,3,5,5,7,7-七苯基环四硅氧烷-1-基)十一烷基。

[0079] 在通式(1)中,X可以是相同或不同,并且代表单键,或具有1至20个碳原子的直链、支链或环状二价烃基团。某些碳原子可以被杂原子替代。在这种情况下,二价烃基团中的杂原子和碳原子的总数为1至20。

[0080] X的具体实例包括单键;直链、支链或环状的脂族二价烃基团,例如亚甲基,1,2-乙二基,1,1-乙二基,1,2-亚乙二基,1,1-亚乙二基,1,3-丙二基,1,2-丙二基,2-甲基-1,3-丙

二基,1,3-丁二基,1,4-丁二基,1,5-戊二基,1,6-己二基,1,4-环己烷二基基团,1,7-庚二基,1,8-辛二基,1,9-壬二基,1,10-癸二基,1,11-十一烷二基,1,12-十二烷二基,1,13-十三烷二基,1,14-十四烷二基,1,15-十五烷二基,1,16-十六烷二基,1,17-十七烷二基,1,18-十八烷二基,1,19-十九烷二基,和1,20-二十烷二基;芳族二价烃基,例如1,3-苯二基,1,4-苯二基,2-甲基-1,4-苯二基,3-甲基-1,4-苯二基,2,5-二甲基-1,4-苯二基,1,8-萘二基,2,7-萘二基,1,4-蒽二基,1,5-蒽二基,2,6-蒽二基,9,10-蒽二基,1,6-嵌二萘二基,1,8-嵌二萘二基,2,7-嵌二萘二基,4,9-嵌二萘二基,4-乙苯-1,2'-二基,和4-丙基苯-1,3'-二基;含杂原子二价烃基,例如2-氧杂-1,3-丙二基,3-氧杂-1,5-戊二基,3-氧杂-2-甲基-1,5-戊二基,3-氧杂-1,6-己二基,3-氧杂-2-甲基-1,5-己二基,3-氧杂-2-甲基-1,6-己二基,3,6-二氧杂-1,8-辛二基,3,7-二氧杂-1,9-壬二基,3-甲基-3-氮杂-1,5-戊二基,3-甲基-3-氮杂-1,6-己二基,3-苯基-3-氮杂-1,6-己二基,3-甲基-3-氮杂-7-氧杂-1,9-壬二基,3-硫-1,5-戊二基,3,6-二硫-1,8-辛二基,2,5-呋喃二基,2,5-噻吩二基,1,2,4-噁二唑-3,5-二基,1,3,4-噁二唑-2,5-二基,1,2,4-噻二唑-3,5-二基,和1,3,4-噻二唑-2,5-二基。

[0081] 这些当中,从便于合成的角度看,特别优选的是将单键、1,3-苯二基、1,4-苯二基、2-甲基-1,4-苯二基、3-甲基-1,4-苯二基、2,5-二甲基-1,4-苯二基、1,8-萘二基、2,7-萘二基、1,4-蒽二基、1,5-蒽二基、2,6-蒽二基和9,10-蒽二基用作X。

[0082] 上述通式(1)代表的本发明的荧光化合物的特征在于包括通式(3)代表的含硅氧烷基团。在此上下文中,含硅氧烷基团的硅氧烷部分(其结构被明确规定)不是具有分子量分布的硅氧烷混合物。因此,通式(1)代表的化合物不是混合物,而是单个化合物。在通过使用荧光化合物产生组合物中,其荧光发色团的摩尔浓度为确定该组合物的荧光性质的重要因素。因此,通式(1)代表的荧光化合物优选为单个化合物,以便精确确定摩尔浓度。

[0083] 上述通式(1)代表的根据本发明的荧光化合物有利地被尽可能纯化至高纯度,以便允许化合物完全发挥其荧光性质。如上所述,作为单个化合物,通式(1)代表的本发明的荧光化合物可以被纯化至高纯度。与正常有机化合物一样,纯化方法的例子包括再结晶和结晶、升华、用溶剂洗涤、硅胶柱色谱法、凝胶过滤色谱法和制备型液相色谱法。在液相色谱法纯化的情况下,本发明的荧光化合物的纯度优选是95%或更多,更优选98%或更多,并且还更优选99%或更多。如果包括大量杂质,通式(1)代表的荧光化合物其自身可能具有减少的荧光性质。在使用此类荧光化合物产生荧光树脂组合物中,荧光树脂组合物可以变得混浊,从而还降低组合物的荧光性质。

[0084] 在正常相或反相条件下,液相色谱法的纯度测定是可行的。例如,对于正常相,使用GL Sciences公司生产的Inertsil(R)Diol柱,并且对于反相,使用Waters公司生产的XBridge(R)C18柱。例如,对于尺寸排阻色谱法(其也是有效方法),可以使用TOSOH公司生产的TSK-GEL SuperHZ2000柱。

[0085] 现在描述用于产生上述通式(1)代表的根据本发明的荧光化合物的方法。本发明的荧光化合物(其为三芳基胺衍生物)可以以各种方法产生。所述方法的例子包括一种方法,该方法包含将含硅氧烷基团引入已通过已知方法产生的不具有含硅氧烷基团的三芳基胺衍生物中。或者,方法包括以下步骤:制备含硅氧烷基团结合的芳族卤化物和芳族胺;和通过将卤化物或胺用作可被采用的构筑块来构造三芳基胺衍生物。后几种方法中,通过芳

族胺化作用进行的产生方法是优选的,即,通过在过渡金属催化剂的存在下使含硅氧烷基团结合的芳族胺衍生物与芳族卤化物反应。

[0086] [产生方法I]

[0087] 在用于产生本发明通式(1)代表的化合物的方法中,根据含硅氧烷基团的位置设想出各种组合。首先,描述用于产生通式(1)的荧光化合物的方法,其中n为1、3、或5,并且任何 R^4 为通式(3)代表的含硅氧烷基团。产生具有所述特性的荧光化合物的方法本文称为“产生方法I”。

[0088] 产生方法I包括在过渡金属催化剂的存在下使上述通式(4)代表的胺化合物与上述通式(5)代表的芳族卤素化合物反应的步骤。

[0089] 在上述通式(4)中, R^{4a} 等同于通式(1)中的 R^4 。因此,在通式(1)代表的荧光化合物中(其为待产生的目标物),对应于引入含硅氧烷基团的部位的 R^{4a} 必须为含硅氧烷基团。或者,如果在通式(1)代表的荧光化合物(其为待产生的目标物)中存在多个不同类型的 R^4 ,则确定通式(4)代表的起始物质胺化合物中的 R^{4a} 以便对应于所述多个不同类型的 R^4 。

[0090] 通式(4)代表的胺化合物可以由本领域的技术人员根据常规方法来酌情合成。

[0091] 在上述式(5)中, R^{1a} 至 R^{4a} 各自等同于式(1)中的 R^1 至 R^4 。如果在通式(1)代表的荧光化合物(其为目标物)中存在多个不同类型的 R^1 至 R^4 ,则确定通式(4)代表的起始物质胺化合物中的 R^{1a} 至 R^{4a} 以便对应于所述多个不同类型的 R^1 至 R^4 。 Z^a 为卤素原子,例如Cl、Br和I,优选Br和I。 X^a 为与通式(1)中定义的X相同的取代基。

[0092] o代表0至2的整数,并且与所述通式(1)中的n一起满足 $o=(n-1)/2$ 。也就是说,在通过根据本实施方案的产生方法来产生时,通式(4)的胺化合物的一个分子与通式(5)代表的芳族卤素化合物的两个分子反应,以使通式(1)代表的荧光化合物能被产生。

[0093] 上述通式(5)代表的芳族卤素化合物可以通过由本领域的技术人员根据常规方法酌情合成来提供。

[0094] 随后,在过渡金属催化剂的存在下使通式(4)代表的胺化合物与通式(5)代表的芳族卤素化合物反应的步骤中,待使用的过渡金属催化剂的例子包括钯催化剂、钌催化剂、铑催化剂、铂催化剂、钴催化剂和镍催化剂。这些过渡金属催化剂中,优选使用钯催化剂。

[0095] 钯催化剂的具体实例包括二- μ -氯双[(η -烯丙基)钯(II)]、醋酸钯、三(二苯亚甲基丙酮)二钯(0)、双(苯基膦)二氯钯(II)、反式-二氯双(三苯膦)钯(II)、二氯(η -环辛-1,5-双烯)钯(II)、反式-二- μ -溴-双[邻-(二三甲基苯基膦)-3,5-二甲基苯甲基]二钯(II)、反式-二- μ -氯-双[邻-(二三甲基苯基膦)-3,5-二甲基苯甲基]二钯(II)、反式-二- μ -碘-双[邻-(二三甲基苯基膦)-3,5-二甲基苯甲基]二钯(II)、反式-二- μ -醋酸酯-双[邻-(叔丁基-邻-甲基苯基膦)苯甲基]二钯(II)、反式-二- μ -醋酸酯-双[邻-(二-叔丁基膦基)苯甲基]二钯(II)和反式-二- μ -醋酸酯-双[邻-(二-邻-甲基苯基膦)苯甲基]二钯(II)。

[0096] 虽然无特别限制,但相对于1摩尔通式(4)代表的胺化合物,待使用的过渡金属催化剂的量优选在0.000001至0.01摩尔的范围内并且更优选在0.00001至0.001摩尔范围内。

[0097] 在上述产生方法I中,当进行反应时,可以添加配体。这种配体的例子包括磷化合物,例如1,1'-双(二苯基膦基)二茂铁、2-二-叔丁基膦基-2'-甲基联苯、2-(二-叔丁基膦基)联苯、三苯膦、三-邻-甲基苯基膦、三丁基膦、三-叔丁基膦、三环己基膦、二-叔丁基膦基联苯、二环己基膦基联苯和三苯基亚磷酸酯。相对于将作为催化剂添加的过渡金属原子,待使

用的这些配体的量优选为0.5至2当量并且更优选0.8至1.5当量。该配体可以与过渡金属催化剂添加同时添加。

[0098] 在产生方法I中,当进行反应时,优选添加碱。碱的例子包括无机盐,例如氢氧化钠、氢氧化钾、碳酸钠、碳酸钾、碳酸铯、碳酸氢钠和碳酸氢钾,金属醇盐,例如甲醇钠、甲醇钾、乙醇钠和乙醇钾,有机碱例如甲胺、二乙胺、三乙基胺和吡啶。相对于1摩尔通式(4)代表的胺化合物,待使用的碱的量优选为0.1至10摩尔并且更优选为1至3摩尔。碱优选与催化剂和配体的添加同时添加。

[0099] 反应时的通式(4)代表的胺化合物和通式(5)代表的芳族卤素化合物之间的混配比率无特别限制。从反应性和生产率的角度来看,通式(5)代表的芳族卤素化合物的量优选为每1摩尔通式(4)代表的胺化合物1.5至4摩尔且更优选2.0至3.0摩尔。

[0100] 产生方法I的反应温度优选为0至300℃且更优选80至150℃。反应时间优选为0.1至20小时且更优选1至3小时。然而,反应温度和反应时间可以由本领域的技术人员酌情确定并且不限于上述范围。

[0101] 可以使用反应溶剂,例如醚基和烃基溶剂,和非质子极性溶剂。溶剂的具体实例包括戊烷、己烷、二乙醚、四氢呋喃、二噁烷、甲苯、二甲苯、均三甲苯、乙腈、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺或这些溶剂的混合物。这些当中,特别优选的是使用甲苯、二甲苯和均三甲苯。

[0102] 已根据上述产生方法产生的通式(1)代表的荧光化合物可以通过此前所述的纯化方法来纯化。

[0103] [产生方法II]

[0104] 随后,描述产生通式(1)的荧光化合物的方法,其中至少一个 R^2 为通式(2)代表的含胺基团,并且至少一个 R^5 为通式(3)代表的含硅氧烷基团。产生具有所述特性的荧光化合物的方法本文称为“产生方法II”。

[0105] 产生方法II包括在过渡金属催化剂的存在下使上述通式(7)代表的胺化合物与上述通式(6)代表的芳族卤素化合物反应的步骤。

[0106] 在通式(6)中, R^{5b} 等同于通式(2)中的 R^5 ,并且任何 R^{5b} 为通式(3)代表的含硅氧烷基团。因此,在通式(1)代表的荧光化合物中(其为待产生的目标物),对应于引入含硅氧烷基团的部位的 R^{5b} 必须为含硅氧烷基团。或者,如果在通式(2)(其为待产生的目标物)中存在多个不同类型的 R^5 ,则确定通式(6)代表的起始物质胺化合物中的 R^{5b} 以便对应于所述多个不同类型的 R^5 。

[0107] 通式(6)代表的胺化合物可以通过由本领域的技术人员根据常规方法酌情合成来提供。

[0108] 在通式(7)中, R^{1b} 至 R^{4b} 等同于所述通式(1)中的 R^1 至 R^4 。另外,如果在通式(1)代表的荧光化合物(其为目标物)中存在多个不同类型的 R^1 至 R^4 ,则确定通式(7)代表的起始物质芳族卤素化合物中的 R^{1b} 至 R^{4b} 以便对应于所述多个不同类型的 R^1 至 R^4 ,前提条件是至少一个 R^{2b} 代表通式(8)代表的取代基。另外,在通式(1)代表的荧光化合物(其为目标物)中,对应于通式(2)代表的含胺基团所引入的 R^2 的 R^{2b} 必须为通式(8)代表的取代基。 X^b 等同于通式(1)中的 X 。 n^b 等同于通式(1)中的 n 。

[0109] 在通式(8)中, R^{6b} 等同于通式(2)中的 R^6 。如果在通式(2)(其为待产生的目标物)中

存在多个不同类型的 R^6 ,则确定起始物质(即通式(8))中的 R^{6b} 以便对应于所述多个不同类型的 R^6 。 m^b 等同于通式(2)中的 m 。 Z^b 为卤素原子,例如Cl、Br和I,优选Br或I。

[0110] 上述通式(7)代表的芳族卤素化合物可以通过由本领域的技术人员根据常规方法酌情合成来提供。

[0111] 另外在产生方法II中,除了上述起始物质以外,反应可以在几乎相同条件下以及按与产生方法I相同的方式进行。在过渡金属催化剂的存在下使通式(6)代表的胺化合物与通式(7)代表的芳族卤素化合物反应的步骤中,可以使用与上述产生方法I中所述那些类似的过渡金属催化剂。相对于1摩尔通式(7)代表的芳族卤素化合物,待使用的催化剂的量优选为0.000001至0.01摩尔且更优选在0.00001至0.001范围内。

[0112] 另外在产生方法II中,可以使用与上述产生方法I中所述那些类似的配体。与产生方法I中所述相似地,相对于化合物中作为催化剂添加的过渡金属原子,待使用的配体的量优选为0.5至2当量且更优选0.8至1.5当量。

[0113] 另外在产生方法II中,在过渡金属催化剂的存在下使通式(6)代表的胺化合物与通式(7)代表的芳族卤素化合物反应的步骤中,优选附加性地添加碱。可以使用与上述产生方法I中所述那些类似的碱。相对于1摩尔通式(7)的化合物,待使用的碱的量优选为0.1至10摩尔并且更优选为1至3摩尔。所述碱可在与上述产生方法I中所述时间类似的时间添加。

[0114] 通式(6)代表的胺化合物和通式(7)代表的芳族卤素化合物之间的混配比率无特别限制。从反应性和生产率的角度来看,相对于1摩尔通式(7)代表的芳族卤素化合物,通式(6)代表的胺化合物的量优选为1.5至4摩尔且更优选2.0至3.0摩尔。

[0115] 产生方法II的反应温度也优选为0至300℃且更优选80至150℃。反应时间优选为0.1至20小时且更优选1至3小时。然而,反应温度和反应时间可以由本领域的技术人员酌情确定并且不限于上述范围。可使用与上述产生方法I中所述那些类似的反应溶剂。

[0116] 已根据产生方法II产生的通式(1)代表的荧光化合物可以通过此前所述的纯化方法来纯化。

[0117] [产生方法III]

[0118] 描述用于产生通式(1)的荧光化合物的方法,其中 n 为0,并且至少一个 R^2 为通式(3)代表的含硅氧烷基团。产生具有所述特性的荧光化合物的方法本文称为“产生方法III”。

[0119] 产生方法III包括在过渡金属催化剂的存在下使通式(10)代表的胺化合物与通式(9)代表的芳族卤素化合物反应的步骤。

[0120] 在通式(9)中, X^c 各自等同于通式(1)中的 X ,并且 Z^c 为卤素原子例如Cl、Br和I,优选Br或I。上述通式(9)代表的芳族卤素化合物可以通过由本领域的技术人员根据常规方法酌情合成来提供。

[0121] 在通式(10)中, R^{1c} 和 R^{2c} 分别等同于所述通式(1)中的 R^1 和 R^2 。如果在通式(1)代表的荧光化合物(其为目标物)中存在多个不同类型的 R^1 和 R^2 ,则确定通式(10)代表的起始物质胺化合物中的 R^{1c} 和 R^{2c} 以便对应于所述多个不同类型的 R^1 和 R^2 。在通式(1)代表的荧光化合物(其为待产生的目标物)中,在起始物质的通式(10)中 R^{2c} (对应于含硅氧烷基团的引入部位)必须为含硅氧烷基团。通式(10)代表的胺化合物可以通过由本领域的技术人员根据常规方法酌情合成来提供。

[0122] 另外在产生方法III中,除了上述起始物质以外,反应可以在几乎相同条件下以及按与产生方法I或产生方法II相同的方式进行。过渡金属催化剂以及待使用的过渡金属催化剂的量、配体以及待使用的配体的量、碱和待使用的碱的量、溶剂和产生方法III中所用的反应条件可以与产生方法I或产生方法II中那些相同。已根据产生方法III产生的通式(1)代表的荧光化合物可以通过此前所述的纯化方法来纯化。

[0123] [荧光树脂组合物]

[0124] 接着,描述根据本发明的另一个实施方案的荧光树脂组合物。根据本实施方案的荧光树脂组合物包括本发明的荧光化合物以及树脂。

[0125] 通式(1)代表的本发明的荧光化合物如上述实施方案所述。根据本实施方案的荧光树脂组合物可以包括通式(1)代表的一种或多种荧光化合物。该组合物还可以包括具有不同于通式(1)的结构荧光化合物,只要该组合物含有通式(1)代表的至少一种荧光化合物。

[0126] 将是荧光树脂组合物中的基体的树脂例子包括热塑性或热固性树脂,例如聚乙烯、聚丙烯、聚苯乙烯、环烯烃聚合物、聚丙烯酸酯、聚氯乙烯、聚碳酸酯、聚酯、聚酰胺、聚酰亚胺、聚乙烯醇,有机硅树脂,乙烯-乙烯醇共聚物树脂,乙烯-醋酸乙烯共聚物树脂,ABS树脂,环氧树脂,苯酚树脂,三聚氰胺树脂,和聚氨酯,和弹性体,例如天然橡胶、腈橡胶、氨基甲酸乙酯橡胶、EPDMs、苯乙烯-丁二烯橡胶、氟橡胶和硅橡胶,但不限于具体树脂。特别地,优选的是有机硅树脂例如硅油、硅橡胶、硅树脂和硅凝胶。

[0127] 本发明的荧光树脂组合物可以呈任何状态,例如液体、固体、橡胶和凝胶。根据基体树脂的状态或用下述任选成分,荧光树脂组合物的状态可由本领域的技术人员酌情调整。另外,优选的是,荧光化合物在本发明的荧光树脂组合物中均相分布,而无聚集。为均相分布该荧光化合物,产生荧光树脂组合物的方法优选包括加热或缓慢搅拌的步骤以实现均相分布。

[0128] 在本发明的荧光树脂组合物中,虽然荧光化合物的含量自由选择,但基于总体组合物,该含量为例如0.001至10质量%,优选0.01至5质量%,并且更优选0.1至5质量%。优选的是确定荧光化合物的含量在其中该化合物可与基体树脂相容的范围内。在荧光树脂组合物中的荧光化合物的含量取决于荧光化合物和基体树脂的性质。如果荧光化合物的含量太高,则荧光强度可能由于浓度猝灭而降低。相比之下,如果内容太低,荧光强度可能变得不足。

[0129] 根据本实施方案的荧光树脂组合物可以包括除了荧光化合物和树脂以外的任选成分。任选成分的例子包括溶剂,例如水、甲醇、乙醇、己烷、异辛烷、癸烷、甲苯、二甲苯、二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺、甲基吡咯烷酮和二甲基亚砷;填料,例如硅胶、二氧化钛、氧化锌、碳和氢氧化镁;硅化合物,例如硅烷偶联剂、四甲氧基硅烷、四乙氧基硅烷、六甲基二甲硅醚和十甲基环五硅氧烷;自由基聚合引发剂,例如偶氮二异丁腈和过氧化苯甲酰;光聚合引发剂,例如2-羟基-2-甲基苯丙酮和二苯基碘鎓六氟磷酸盐,金属化合物,例如氯铂酸、铂(0)二乙基四甲基二硅氧烷络合物、苯亚甲基二氯双(三环己基膦)钨;纤维,例如玻璃纤维和碳纤维;紫外线吸收剂和光稳定剂,例如二苯甲酮衍生物和受阻胺化合物;增塑剂,例如邻苯二甲酸酯和己二酸酯;和阻燃剂,例如磷酸酯。

[0130] 这些任选成分的含量可以自由确定在其中组合物的发光性质不受抑制的范围内。

基于总体荧光树脂组合物,该组合物可以通常含有在0.01至80质量%范围内的任选成分,但这一范围无限制。

[0131] 随后,从产生方法的角度来看,描述根据本实施方案的荧光树脂组合物。产生荧光树脂组合物的方法包括混合荧光化合物和树脂的步骤。混合荧光化合物和树脂的步骤的例子包括捏合该树脂和该荧光化合物以分散该荧光化合物。另外,包括在液体树脂单体或预聚物中预先混合和溶解荧光化合物,然后加成聚合或缩聚的步骤,以及在树脂清漆中溶解荧光化合物的步骤。本领域的技术人员将能够根据常规技术的进行任何步骤。

[0132] 在根据本实施方案的荧光树脂组合物中,组分,即荧光化合物和树脂,高度相容,从而获得着色的荧光树脂组合物而无需损失树脂本身的透射率。因此,该组合物可以广泛用于各种应用中,例如荧光油墨、波长转换材料和染料激光器。

[0133] 实施例

[0134] 随后,基于实施例和比较例进一步具体描述本发明,但不限于任何以下实施例。在以下结构式中,Me代表甲基。

[0135] [实施例1]

[0136] N,N-双[4'-(N',N'-二-4-甲基氨基)联苯-4-基]-3-(1-三甲基硅氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)苯胺(化合物1)的合成

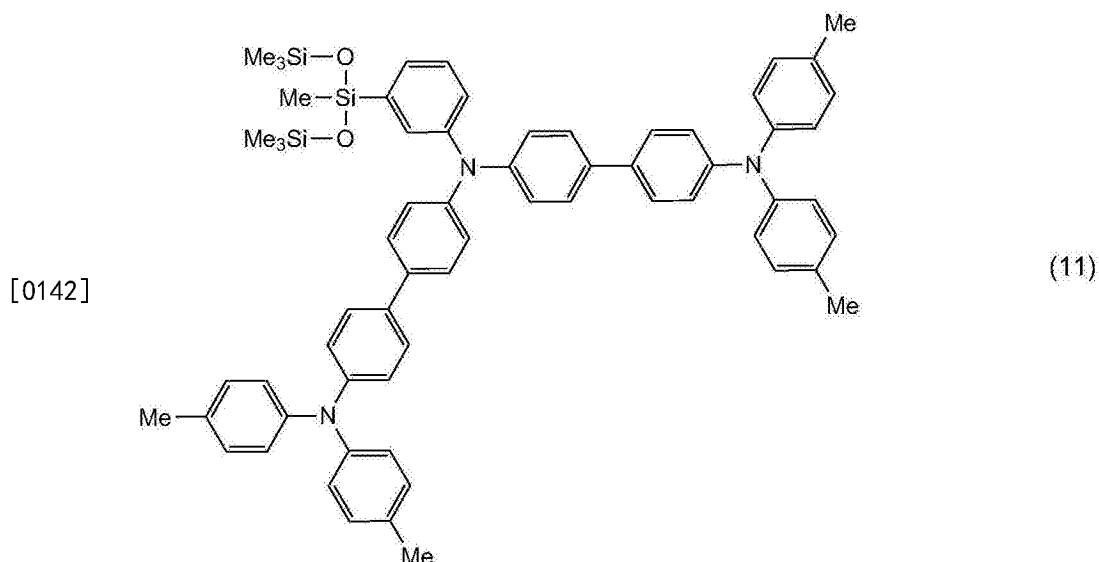
[0137] 氮气吹扫与回流冷凝器和搅拌器连接的100ml三颈烧瓶。向该烧瓶装填921.1mg (2.15mmol)4'-(N,N-二-4-甲基氨基)-4-溴联苯、315.5mg(1.09mmol)3-(1-三甲基硅氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)苯胺、460.6mg(4.79mmol)叔丁醇钠、82.1mg (0.15mmol)1,1-双(二苯基膦基)二茂铁、77.1mg(0.074mmol)三(二苯亚甲基丙酮)(氯仿)二钨(0)和8ml均三甲苯,并且在115℃下搅拌1.5小时。所得溶液在减压下浓缩并且向其添加水和甲苯之后,通过分离操作提取有机层。所得溶液在硫酸镁上干燥并且在减压下用旋转蒸发仪浓缩。然后,使用硅胶柱色谱法和制备型液相色谱法纯化,提供704.9mg淡黄固体。

[0138] 作为该固体的NMR光谱和MALDI-TOFMS光谱测量的结果,确认该固体为N,N-双[4'-(N',N'-二-4-甲基氨基)联苯-4-基]-3-(1-三甲基硅氧基化合物-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)苯胺。

[0139] $^1\text{H-NMR}$ (600MHz, δ in CDCl_3): 0.03(s, 18H), 0.23(s, 3H), 2.32(s, 12H), 7.01-7.10(m, 20H), 7.12-7.29(m, 7H), 7.32(brs, 1H), 7.39-7.46(m, 8H)

[0140] MALDI-TOFMS m/z : 1007.4(M^+)

[0141] 根据实施例1产生的化合物1的结构示于下式(11)中。



[0143] 在乙醇中测量化合物1的紫外线可见吸收光谱和荧光光谱。最长吸收最大波长为359nm,摩尔吸光系数为 6.50×10^4 ,并且最大荧光波长为410nm(激发波长:359nm)。

[0144] [实施例2]

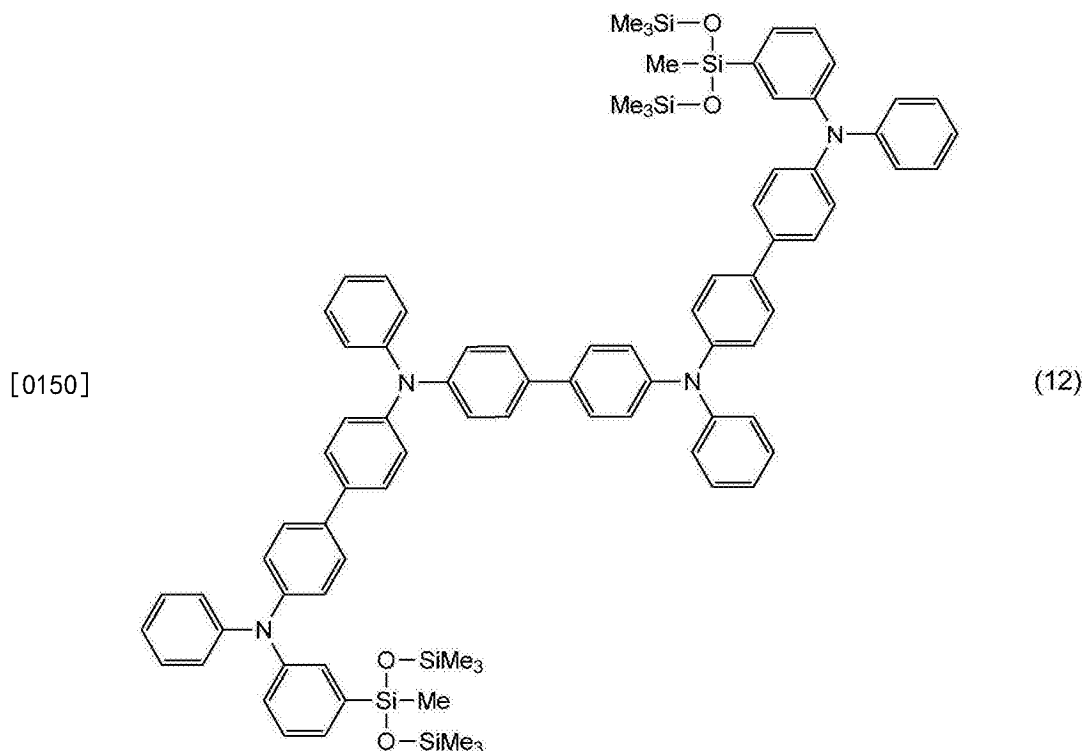
[0145] N,N'-双[苯基-3-(1-三甲基硅氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)苯氨基联苯-4'-基]-N,N'-二苯基联苯胺(化合物2)的合成

[0146] 氮气吹扫与回流冷凝器和搅拌器连接的100ml三颈烧瓶。向该烧瓶,装填386.2mg(0.48mmol)N,N'-双(4'-溴联苯-4-基)-N,N'-二苯基联苯胺、409.4mg(1.05mmol)苯基-3-(1-三甲基硅氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)胺、214.4mg(2.23mmol)叔丁醇钠、61.9mg(0.11mmol)1,1-双(二苯基膦基)二茂铁、50.1mg(0.048mmol)三(二苯亚甲基丙酮)(氯仿)二钯(0)和8ml均三甲苯并且在110℃下搅拌3.5小时。所得溶液在减压下浓缩并且向其添加水和甲苯之后,通过分离操作提取有机层。所得溶液在硫酸镁上干燥并且在减压下用旋转蒸发仪浓缩。然后,使用硅胶柱色谱法和制备性液相色谱法纯化,提供437.4mg淡黄固体。

[0147] 作为该固体的NMR光谱和MALDI-TOFMS光谱测量的结果,确认该固体为N,N'-双[苯基-3-(1-三甲基硅氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)苯氨基联苯-4'-基]-N,N'-二苯基联苯胺。

[0148] $^1\text{H-NMR}$ (600MHz, δ in CDCl_3): 0.03(s, 36H), 0.22(s, 6H), 6.98–7.32(m, 40H), 7.42–7.50(m, 12H) MALDI-TOFMS m/z : 1415.6(M^+)

[0149] 根据实施例2产生的化合物2的结构示于下式(12)中。



[0151] 在乙醇中测量化合物2的紫外线可见吸收光谱和荧光光谱。最长吸收最大波长为359nm,摩尔吸光系数为 7.88×10^4 ,并且最大荧光波长为410nm(激发波长:359nm)。

[0152] [实施例3]

[0153] N,N-双[4'-(N'-苯基-N'-4'-二苯氨基联苯-4-基)联苯-4-基]-3-(1-三甲基硅氧基化合物-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)苯胺(化合物3)的合成

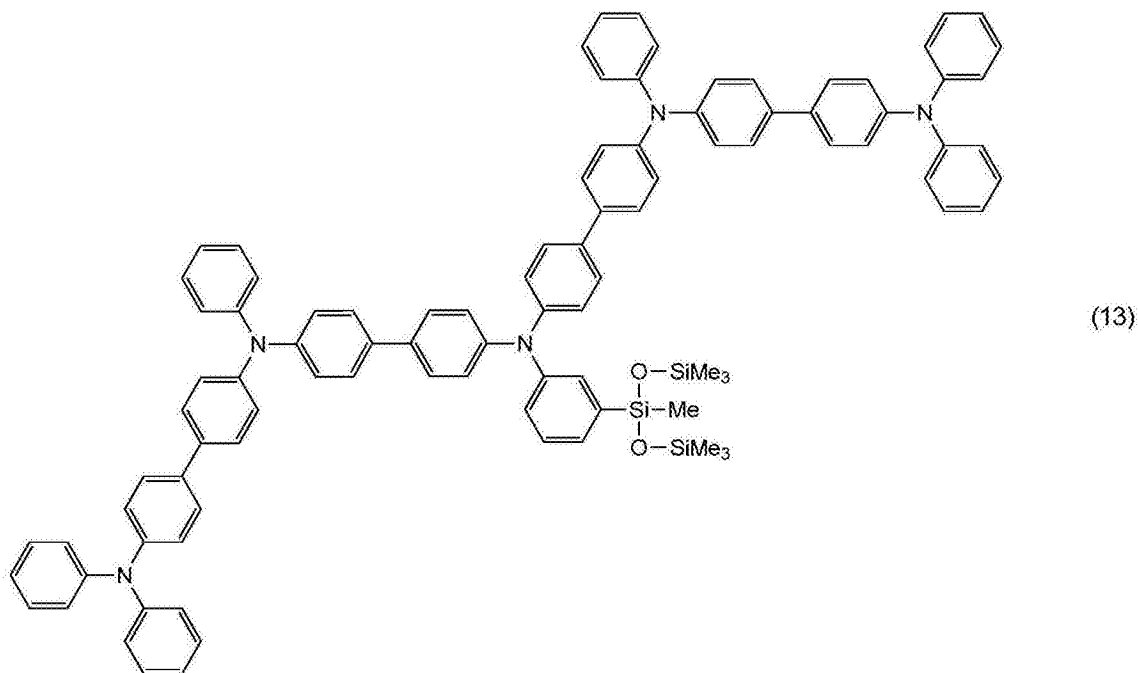
[0154] 氮气吹扫与回流冷凝器和搅拌器连接的100ml三颈烧瓶。向该烧瓶,装填665.8mg (1.03mmol)N-(4'-溴联苯-4-基)-N',N',N'-三苯基联苯胺、108.4mg(0.45mmol)苯基-3-(1-三甲基硅氧基化合物-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)胺、211.5mg(2.20mmol)叔丁醇钠、21.0mg(0.10mmol)三-叔丁基磷、42.1mg(0.041mmol)三(二苯亚甲基丙酮)(氯仿)二铯(0)和5ml均三甲苯,并且在120℃下搅拌3.5小时。所得溶液在减压下浓缩并且向其添加水和甲苯之后,通过分离操作提取有机层。所得溶液在硫酸镁上干燥并且在减压下用旋转蒸发仪浓缩。然后,使用硅胶柱色谱法和制备型液相色谱法纯化,提供353.2mg淡黄固体。

[0155] 作为该固体的NMR光谱和MALDI-TOFMS光谱测量的结果,确认该固体为N,N-双[4'-(N'-苯基-N'-4'-二苯氨基联苯-4-基)联苯-4-基]-3-(1-三甲基硅氧基化合物-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)苯胺。

[0156] $^1\text{H-NMR}$ (600MHz, δ in CDCl_3):0.03(s,18H),0.23(s,3H),7.00-7.07(m,28H),7.09-7.23(m,28H),7.24-7.32(m,16H),7.43-7.51(m,16H)MALDI-TOFMS m/z :1437.6(M^+)

[0157] 根据实施例3产生的化合物3的结构示于下式(13)中。

[0158]



[0159] 在四氢呋喃中测量化合物3的紫外线可见吸收光谱和荧光光谱。最长吸收最大波长为363nm,摩尔吸光系数为 2.65×10^4 ,并且最大荧光波长为413nm(激发波长:363nm)。

[0160] [实施例4]

[0161] N,N-双[4'-(N'-苯基-N'-4'-二苯氨基联苯-4-基)联苯-4-基]-3-(五甲基二硅氧烷-1-基)苯胺(化合物4)的合成

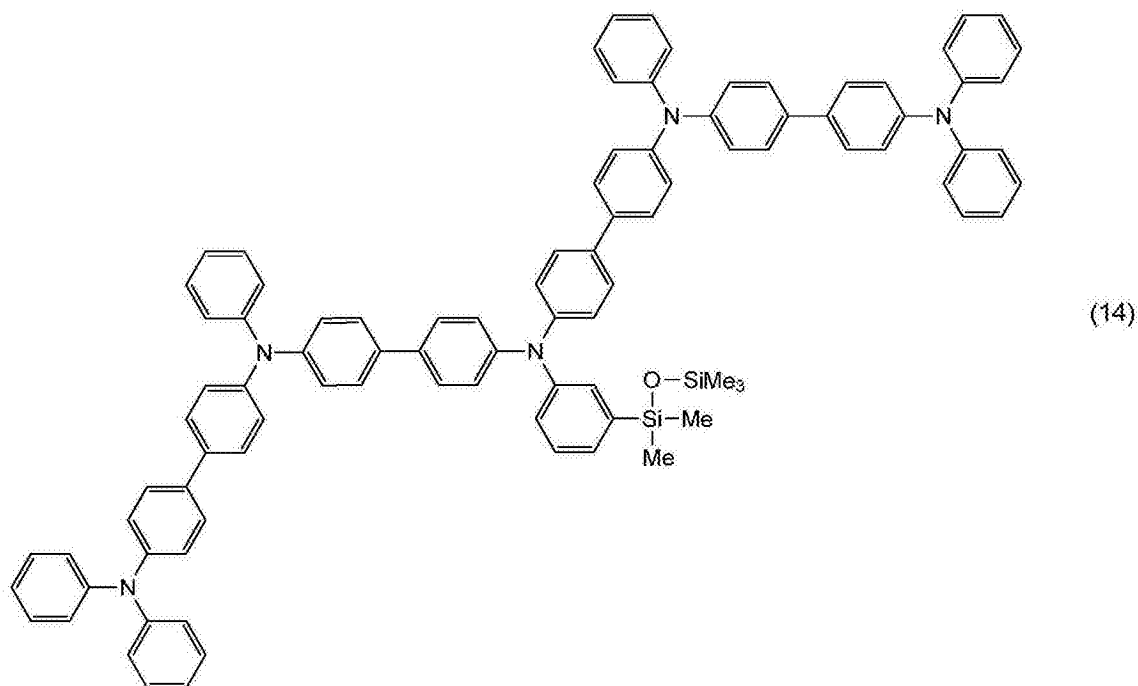
[0162] 氮气吹扫与回流冷凝器和搅拌器连接的100ml三颈烧瓶。向该烧瓶,装填583.2mg (0.90mmol)N-(4'-溴联苯-4-基)-N',N',N'-三苯基联苯胺、118.7mg(0.41mmol)苯基-3-(五甲基二硅氧烷-1-基)胺、203.6mg(2.12mmol)叔丁醇钠、14.0mg(0.069mmol)三-叔丁基磷、31.4mg(0.030mmol)三(二苯亚甲基丙酮)(氯仿)二铯(0)和5ml均三甲苯,并且在125℃下搅拌1.5小时。所得溶液在减压下浓缩并且向其添加水和甲苯之后,通过分离操作提取有机层。所得溶液在硫酸镁上干燥并且在减压下用旋转蒸发仪浓缩。然后,使用硅胶柱色谱法和制备性液相色谱法纯化,提供308.1mg淡黄固体。

[0163] 作为该固体的NMR光谱和MALDI-TOFMS光谱测量的结果,确认该固体为N,N-双[4'-(N'-苯基-N'-4'-二苯氨基联苯-4-基)联苯-4-基]-3-(五甲基二硅氧烷-1-基)苯胺。

[0164] ¹H-NMR(600MHz, δ in CDCl₃): 0.02(s, 9H), 0.28(s, 6H), 7.11-7.24(m, 28H), 7.25-7.32(m, 14H), 7.35-7.37(m, 1H), 7.44-7.52(m, 16H) MALDI-TOFMS m/z: 1364.7(M⁺)

[0165] 根据实施例4产生的化合物4的结构示于下式(14)中。

[0166]



[0167] 在四氢呋喃中测量化合物4的紫外线可见吸收光谱和荧光光谱。最长吸收最大波长为363nm,摩尔吸光系数为 2.83×10^4 ,并且最大荧光波长为413nm(激发波长:363nm)。

[0168] [实施例5]

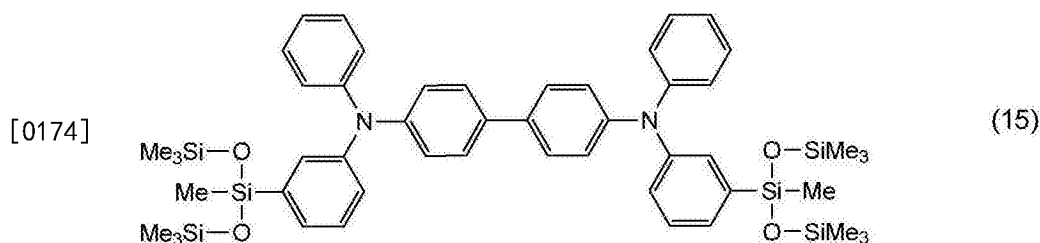
[0169] N,N'-二苯基-N,N'-二-[3-(1-三甲基硅氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)苯基]-联苯胺的合成

[0170] 氮气吹扫与回流冷凝器和搅拌器连接的100ml三颈烧瓶。向该烧瓶,装填71.3mg (0.23mmol)4,4'-二溴联苯、197.3mg(0.51mmol)苯基-3-(1-三甲基硅氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)苯基胺、150.8mg(0.63mmol)叔丁醇钠、7.5mg(0.037mmol)三-叔丁基磷、24.8mg(0.024mmol)三(二苯亚甲基丙酮)(氯仿)二钯(0)和3ml均三甲苯,并且在110℃下搅拌7小时。所得溶液在减压下浓缩并且向其添加水和甲苯之后,通过分离操作提取有机层。所得溶液在硫酸镁上干燥并且在减压下用旋转蒸发仪浓缩。然后,使用硅胶柱色谱法和制备性液相色谱法纯化,提供332.0mg无色液体。

[0171] 作为该液体的MALDI-TOFMS光谱测量的结果,确认该液体为N,N'-二苯基-N,N'-二-[3-(1-三甲基硅氧基-1,3,3,3-四甲基二硅氧烷-1-基)苯基]-联苯胺。

[0172] MALDI-TOFMS m/z :929.5(M^+)

[0173] 根据实施例5产生的化合物5的结构示于下式(15)中。



[0174] [实施例6]

[0175] 含有化合物1的有机硅树脂组合物的产生

[0177] 向玻璃小瓶中,称量实施例1中产生的10.1mg化合物1并在室温下在搅拌下与透明硅树脂,SIM-360碱化合物(Shin-Etsu化学有限公司生产)逐份添加。当溶液变得透明时,测定溶解。溶解度经计算为1mmol/L。向该混合物,基于碱化合物计添加10质量%的固化剂并且混合。消泡之后,混合物在150℃下加热30分钟以固化,提供荧光有机硅树脂组合物。可以自由改变化合物1的浓度,只要该浓度小于或等于上述浓度。

[0178] [实施例7]

[0179] 含有化合物2的硅树脂组合物的产生

[0180] 如实施例6中那样测量的化合物2在SIM-360碱化合物中的溶解度为0.5mmol/L。向该混合物,基于碱化合物计添加10质量%的固化剂并且混合。消泡之后,混合物在150℃下加热30分钟以固化,提供荧光有机硅树脂组合物。可以自由改变化合物2的浓度,只要该浓度小于或等于上述浓度。

[0181] [实施例8]

[0182] 含有化合物3的硅树脂组合物的产生

[0183] 如实施例6中那样测量的化合物3在SIM-360碱化合物中的溶解度为0.1mmol/L。向该混合物,基于碱化合物计添加10质量%的固化剂并且混合。消泡之后,混合物在150℃下加热30分钟以固化,提供荧光硅树脂组合物。可以自由改变化合物3的浓度,只要该浓度小于或等于上述浓度。

[0184] [实施例9]

[0185] 含有化合物4的硅树脂组合物的产生

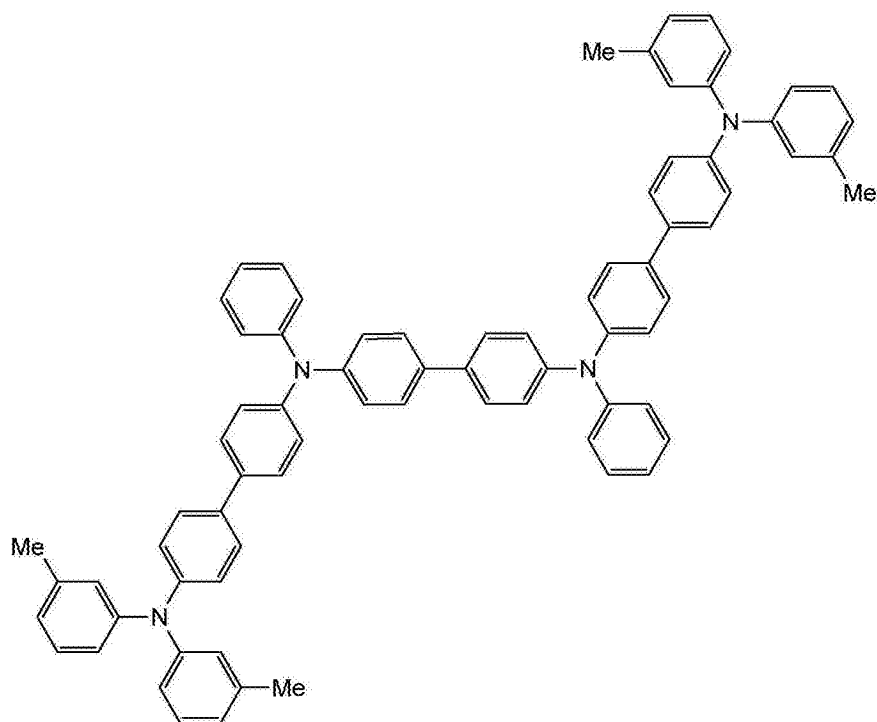
[0186] 如实施例6中那样测量的化合物4在SIM-360碱化合物中的溶解度为0.1mmol/L。向该混合物,基于碱化合物计添加10质量%的固化剂并且混合。消泡之后,混合物在150℃下加热30分钟以固化,提供荧光硅树脂组合物。可以自由改变化合物4的浓度,只要该浓度小于或等于上述浓度。

[0187] [比较例1]

[0188] 化合物6在硅树脂中的溶解度的测量

[0189] 比较例1中所用的化合物6的结构示于下式(16)中。当如实施例6那样测量化合物6在SIM-360碱化合物中的溶解度时,该混合物变得混浊并且化合物完全未溶解。

[0190]



(16)

[0191] 本发明的荧光化合物十分有用,因为该化合物使低极性树脂如硅树脂能够被着色而不损耗透射率,并因此提供高度透明的荧光树脂组合物。该组合物可用于荧光油墨、波长转换材料、染料激光器等等中。因为其具有三芳基胺主干,本发明的荧光化合物可以用作有机电子器件如有机电致发光元件中的电荷输送化合物和发光化合物。