

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810080233.1

[51] Int. Cl.

C09K 11/06 (2006.01)

C07F 15/00 (2006.01)

[43] 公开日 2009 年 7 月 15 日

[11] 公开号 CN 101481610A

[22] 申请日 2008.12.19

[21] 申请号 200810080233.1

[71] 申请人 太原理工大学

地址 030024 山西省太原市迎泽西大街 79 号

[72] 发明人 郝玉英 郭晓霞 薛保平 武银兰
许慧侠 许并社

[74] 专利代理机构 山西太原科卫专利事务所
代理人 戎文华

权利要求书 3 页 说明书 8 页 附图 4 页

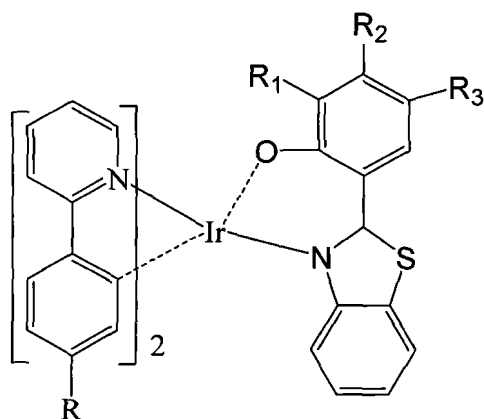
[54] 发明名称

一种以铱为内核的有机磷光材料及其制备方法

[57] 摘要

以铱为内核的有机磷光材料及其制备方法是通
过水杨酸及衍生物与邻氨基硫酚在三氯化磷的催化
下反应,合成 2-(2-羟基苯基)苯并噻唑及其衍生物;
2-(2-羟基苯基)苯并噻唑及其衍生物与氯桥
二聚物(ppy)₂Ir(μ-Cl)₂Ir(ppy)₂按 2.5:1 的摩
尔比,溶解在 2-乙氧基乙醇中,N₂氛围,弱碱条
件下加热至 60℃回流反应 14h,再升温至 100℃反
应 2h,自然冷却,加入与溶剂等量的去离子水,析
出沉淀,过滤,干燥,用体积比为 3/1 的二氯甲烷/
乙酸乙酯作流动相柱层析、浓缩、干燥得到的以铱
为内核的有机磷光材料。本发明与已有技术相比,
发生了显著红移,而且 2-(2-羟基苯基)苯并噻唑
及其衍生物配体易于修饰,工艺简单,与铱配位后
的配合物热稳定性好,发光效率高,特别适用于制
备有机电致发光器件。

1. 一种以铱为内核的有机磷光材料，其结构通式如下：



(1)

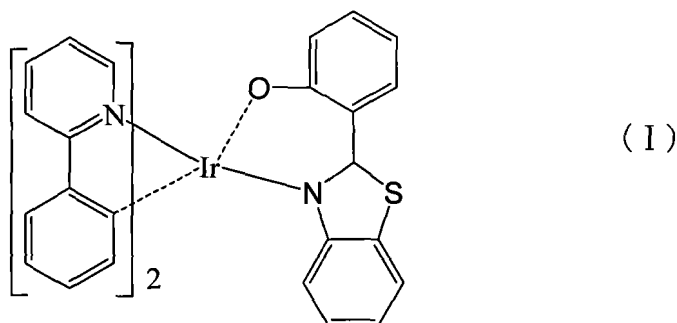
式(1)中 R 为氢或甲基， R_1 、 R_2 、 R_3 是氢、烷基、卤素取代的烷基、烷氧基、芳基、杂环芳基中的任意一种基团， R_1 、 R_2 、 R_3 是相同的基团或者是不同的基团。

2. 权利要求 1 所述的以铱为内核的有机磷光材料，其特征在于烷基是 1~6 个碳原子的直链或枝链烷基。

3. 权利要求 1 所述的以铱为内核的有机磷光材料，其特征在于卤素取代烷基是 1~4 个碳原子的直链的卤素取代的烷基。

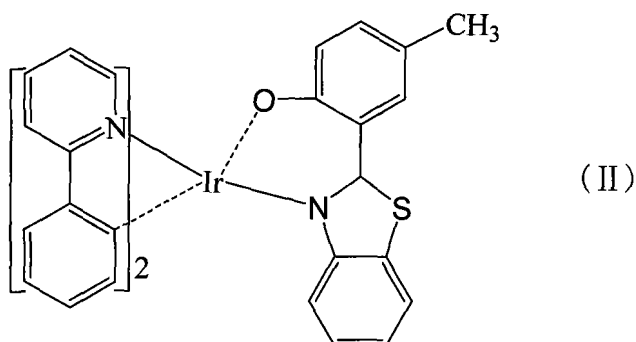
4. 权利要求 1 所述的以铱为内核的有机磷光材料，其特征在于该有机磷光材料的优选组合如下：

1) 当 R、 R_1 、 R_2 、 R_3 分别为氢原子，其结构式为：



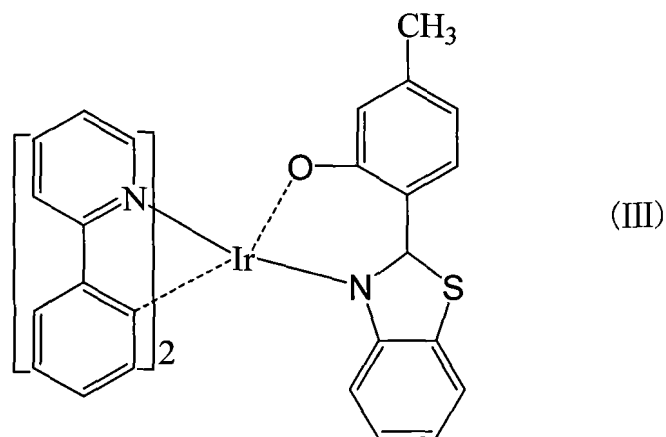
(I)

2) 当 R、 R_1 、 R_2 为氢原子， R_3 为甲基，其结构式为：

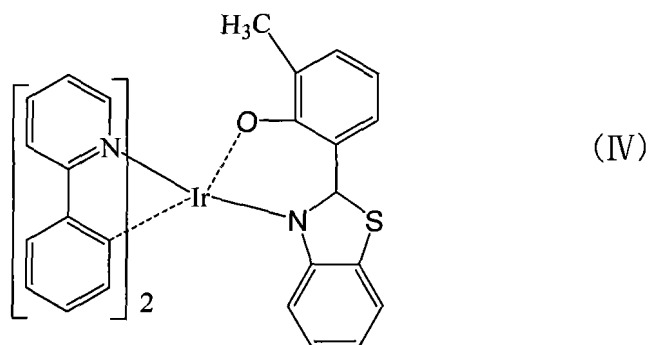


(II)

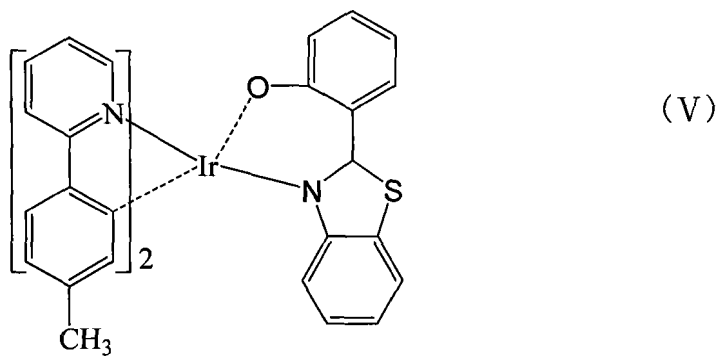
3) 当 R 、 R_1 、 R_3 为氢原子, R_2 为甲基, 其结构式为:



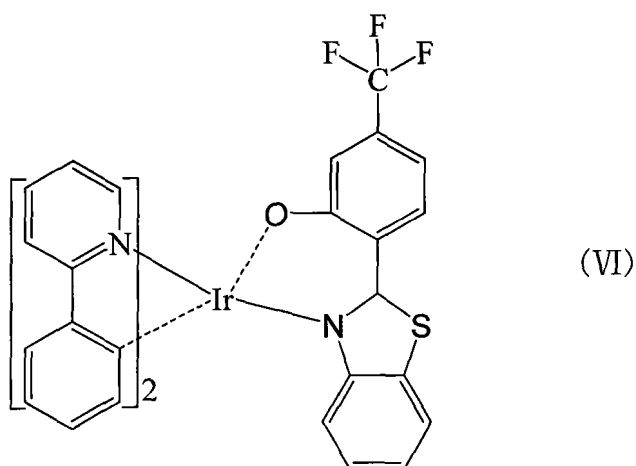
4) 当 R 、 R_2 、 R_3 为氢原子, R_1 为甲基, 其结构式为:



5) 当 R_1 、 R_2 、 R_3 为氢原子, R 为甲基, 其结构式为:



6) 当 R 、 R_1 、 R_3 为氢原子, R_2 为三氟甲基, 其结构式为:



5. 一种用于权利要求 1 所述的以铱为内核的有机磷光材料的制备方法，其特征在于该方法分为两步：第一步是通过水杨酸或其衍生物与邻氨基硫酚在三氯化磷的催化下反应合成 2-(2-羟基苯基)苯并噻唑或其衍生物；第二步是通过 2-(2-羟基苯基)苯并噻唑或其衍生物与铱的氯桥二聚物 $(ppy)_2Ir(\mu-Cl)_2Ir(ppy)_2$ 或 $(tpy)_2Ir(\mu-Cl)_2Ir(tpy)_2$ (其中 ppy 为 2-苯基吡啶，tpy 为 2-(*p*-甲基苯基)吡啶) 进行配体交换反应，合成目标化合物。

6. 权利要求 5 所述的以铱为内核的有机磷光材料的制备方法，其特征在于该制备方法中的第一步按下列步骤进行：

(1) 将水杨酸或其衍生物与邻氨基硫酚按照摩尔比 1.1~1.2: 1 置入盛有甲苯溶液的烧瓶中，摩尔浓度取 0.1~0.5mol/L，加热回流并搅拌，加热温度 110℃~150℃，完全溶解后停止加热，然后回流冷却降至室温；

(2) 在上述步骤 (1) 所得的溶液中缓慢滴加催化剂三氯化磷，所滴加的三氯化磷与邻氨基硫酚的摩尔比为 0.8~1.1: 1；

(3) 滴加完后，立即升温至 110℃~150℃，搅拌反应直到溶液澄清为止；

(4) 将澄清溶液自然冷却至室温，有沉淀析出，过滤，将收集的产品用甲苯洗涤，干燥，纯化，得 2-(2-羟基苯基)苯并噻唑或其衍生物。

7. 权利要求 5 所述的以铱为内核的有机磷光材料的制备方法，其特征在于该制备方法中的第二步按下列步骤进行：

(1) 将铱的氯桥二聚物 $(ppy)_2Ir(\mu-Cl)_2Ir(ppy)_2$ 或 $(tpy)_2Ir(\mu-Cl)_2Ir(tpy)_2$ 、2-(2-羟基苯基)苯并噻唑或其衍生物、无水碳酸钾按 1: 2~3: 8~12 的摩尔比置入盛有溶剂 2-乙氧基乙醇的烧瓶中，2-乙氧基乙醇的用量为所用烧瓶容量的 1/3~2/3；

(2) 然后在惰性气氛下加热回流、搅拌，进行配体交换反应，其反应条件是：加热至 55~65℃回流反应 10 h~13h，再升温至 95℃~115℃反应 3 h~6h，自然冷却至室温；

(3) 在步骤 (2) 所得的溶液中加入与该溶液等量的去离子水，静置，析出沉淀，过滤，将收集的固体分别用去离子水、甲醇、正己烷洗涤，抽滤，得粗产物，再用重结晶或柱层析纯化得到目标化合物。

一种以铱为内核的有机磷光材料及其制备方法

技术领域

本发明涉及一种有机金属配合物发光材料及其制备方法，主要是一种以重金属铱为内核的有机磷光材料及其制备方法。

背景技术

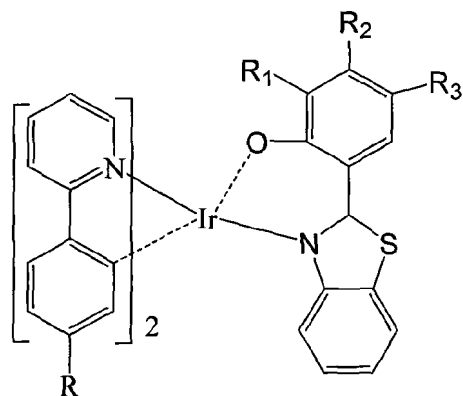
作为有机电致发光器件(OLED)核心部分的有机发光材料，一般可分为两大类：小分子有机化合物和高分子聚合物。高分子聚合物具有制备简单，成本低廉，能够弯曲等特点，但是由于其纯度、亮度和颜色等方面都不及小分子材料，因而小分子有机发光材料得到更多的关注，特别是在有机电致发光中起重要作用的有机金属配合物。具有重原子效应的过渡金属如铱(Ir)、铂(Pt)和钌(Ru)等的有机配合物，由于自旋—轨道耦合作用，导致了单重激发态与三重激发态相互混合，返回基态时不再受制于单纯的三重激发态的自旋禁止(Baldomá, O'Brien D F, You Y, et al. Highly efficient phosphorescent emission from organic electroluminescent devices[J]. Nature, 1998, 395: 151-153.)，这样就有较短的三重态辐射时间，导致室温下较高的磷光效率，在理论上使内量子效率达到100%，使得重金属配合物引起人们越来越多的重视。

以过渡金属铱为内核的有机金属配合物由于其热稳定性好、辐射寿命短、效率高等特点，得到最多、最详尽的研究。根据现有研究通过对配体修饰，以铱为内核的配合物的发光光谱可在很大范围内得到调制，一般是通过对第一配体的选择和修饰，改变电子的跃迁能级，从而可以改变其发射峰。而第一配体的合成一般是通过偶联反应来进行，但其普遍存在反应条件苛刻，成本高，产率低等问题，故难以工业化生产。第二配体最常用的是乙酰丙酮及其衍生物，但在第一配体相同的情况下，它们对配合物发射峰的调节并不是很明显。因此，开发优良的第二配体，并能通过对第二配体的化学修饰来调节化合物的发光颜色显得尤为重要。

发明内容

本发明在于选择一种第二配体 2-(2-羟基苯基)苯并噻唑或其衍生物，以 2-苯基吡啶或 2-(*p*-甲基苯基)吡啶为第一配体，合成一种有机磷光材料，并通过对第二配体 2-(2-羟基苯基)苯并噻唑的化学修饰实现对材料发光颜色的调节，获得从黄光到红光的磷光发射。本发明的目的在于提供这样一种以铱为内核的有机磷光材料及其制备方法。

本发明选用 2-(2-羟基苯基)苯并噻唑或其衍生物作为第二配体，2-苯基吡啶或 2-(*p*-甲基苯基)吡啶为第一配体合成以铱为内核的有机磷光材料，其结构通式如下：



(1)

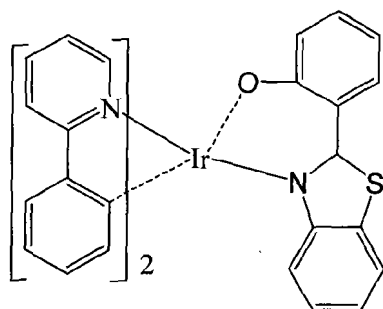
式(1)中 R 为氢或甲基, R_1 、 R_2 、 R_3 是氢、烷基、卤素取代的烷基、烷氧基、芳基、杂环芳基中的任意一种基团, R_1 、 R_2 、 R_3 是相同的基团或者是不同的基团。

上述中的烷基是 1~6 个碳原子的直链或枝链烷基。

上述中的卤素取代的烷基是 1~4 个碳原子的直链的卤素取代的烷基。

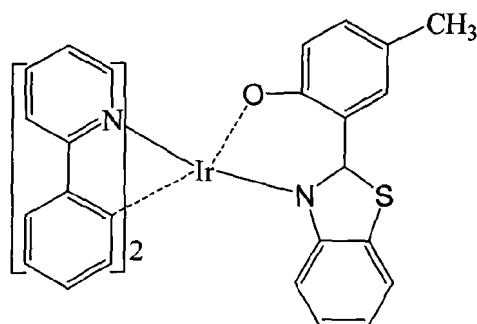
本发明以铱为内核的有机磷光材料, 其优选组合如下:

1) 当 R、 R_1 、 R_2 、 R_3 分别为氢原子, 其结构式为:



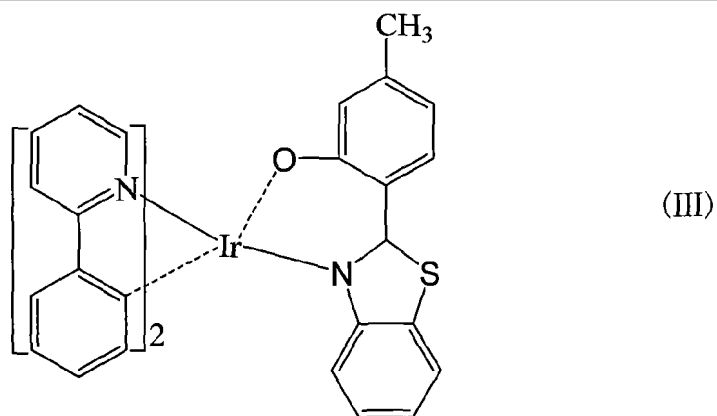
(I)

2) 当 R、 R_1 、 R_2 为氢原子, R_3 为甲基, 其结构式为:

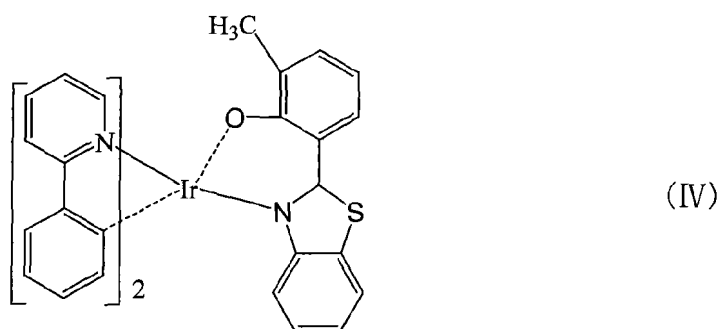


(II)

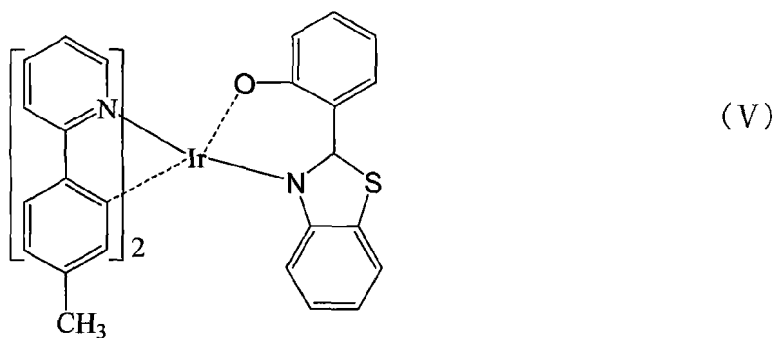
3) 当 R、 R_1 、 R_3 为氢原子, R_2 为甲基, 其结构式为:



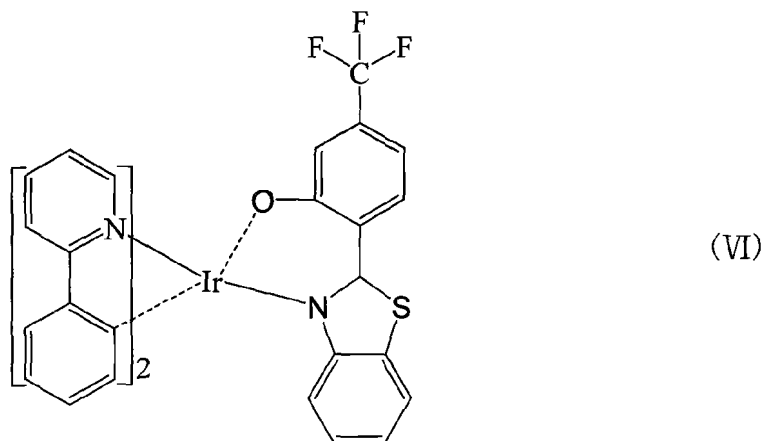
4) 当 R 、 R_2 、 R_3 为氢原子， R_1 为甲基，其结构式为：



5) 当 R_1 、 R_2 、 R_3 为氢原子， R 为甲基，其结构式为：



6) 当 R 、 R_1 、 R_3 为氢原子， R_2 为三氟甲基，其结构式为：



本发明提供一种以铱为内核的有机磷光材料的制备方法，该方法分为两步：第一步通过

水杨酸或其衍生物与邻氨基硫酚在三氯化磷的催化下反应合成 2-(2-羟基苯基)苯并噻唑或其衍生物；第二步通过 2-(2-羟基苯基)苯并噻唑或其衍生物与铱的氯桥二聚物 $(ppy)_2Ir(\mu-Cl)_2Ir(ppy)_2$ 或 $(tpy)_2Ir(\mu-Cl)_2Ir(tpy)_2$ (其中 ppy 为 2-苯基吡啶, tpy 为 2-(*p*-甲基苯基)吡啶)进行配体交换反应, 合成目标化合物。

上述制备方法中的第一步按下列步骤进行:

(1) 将水杨酸或其衍生物与邻氨基硫酚按照摩尔比 1.1~1.2: 1 置入盛有甲苯溶液的烧瓶中, 摩尔浓度取 0.1~0.5mol/L, 加热回流并搅拌, 加热温度 110~150℃, 完全溶解后停止加热, 然后回流冷却降至室温;

(2) 在上述步骤 (1) 所得溶液中缓慢滴加催化剂三氯化磷, 所滴加的三氯化磷与邻氨基硫酚的摩尔比为 0.8~1.1: 1;

(3) 滴加完后, 立即升温至 110~150℃, 搅拌反应直到溶液澄清为止;

(4) 将澄清溶液自然冷却至室温, 有沉淀析出, 过滤, 将收集的产品用甲苯洗涤, 干燥, 纯化, 得 2-(2-羟基苯基)苯并噻唑或其衍生物。

上述制备方法中的第二步按下列步骤进行:

(1) 将铱的氯桥二聚物 $(ppy)_2Ir(\mu-Cl)_2Ir(ppy)_2$ 或 $(tpy)_2Ir(\mu-Cl)_2Ir(tpy)_2$ 、2-(2-羟基苯基)苯并噻唑或其衍生物、无水碳酸钾按 1: 2~3: 8~12 的摩尔比置入盛有溶剂 2-乙氧基乙醇的烧瓶中, 2-乙氧基乙醇的用量为所用烧瓶容量的 1/3~2/3;

(2) 惰性气氛下加热回流、搅拌, 进行配体交换反应, 其反应条件是: 加热至 55~65℃ 回流反应 10~13h, 再升温至 95~115℃ 反应 3~6h, 自然冷却至室温;

(3) 在步骤 (2) 所得的溶液中加入与该溶液等量的去离子水, 静置, 析出沉淀, 过滤, 将收集的固体分别用去离子水、甲醇、正己烷洗涤, 抽滤, 得粗产物, 再用重结晶或柱层析纯化得到目标化合物。

本发明所述的以铱为内核的有机磷光材料, 是以 2-(2-羟基苯基)苯并噻唑及其衍生物为第二配体的铱金属配合物, 与以乙酰丙酮为第二配体的铱金属配合物 $(ppy)_2Ir(acac)$ 相比, 这类铱配合物的最高占据轨道(Highest occupied molecular orbital, HOMO)仍布居在中心金属铱离子和第一配体的芳环上, 而最低空轨道(Lowest unoccupied molecular orbital, LUMO)却不在第一配体, 而是转移布居到第二配体上, 因此选用 2-(2-羟基苯基)苯并噻唑及其衍生物作为第二配体, 通过对其进行修饰, 可有效地调节发射峰的波段, 发射峰波长见表一, 与以乙酰丙酮为第二配体的铱金属配合物 $(ppy)_2Ir(acac)$ 的发射相比, 发生了显著红移。而且 2-(2-羟基苯基)苯并噻唑及其衍生物配体易于修饰, 合成工艺简单, 产率高, 与铱配位后, 形成的配合物热稳定性好, 热分解温度大于 330℃, 发光效率高; 合成工艺简单, 易于

提纯。

表一是室温下本发明的以铱为内核的有机磷光材料在 10^{-5}M 的二氯甲烷 CH_2Cl_2 溶液中的发射峰与现有磷光材料 $(\text{ppy})_2\text{Ir}(\text{acac})$ 的对比。

表一

	$(\text{ppy})_2\text{Ir}(\text{acac})$	化合物(VI)	化合物(I)	化合物(III)	化合物(V)
最大发射 波长(nm)	516	567	590	606	583

本发明有益效果还在于本发明提供的制备方法是采用分段恒温加热的合成方法，与恒温加热合成相比显著提高了化合物的产率。表二是在不同温度下合成的四种目标化合物的产率。

表二：

	60℃ (16h)	100℃ (16h)	60℃ (12h) 100℃ (4h)
化合物(VI)	49.2%	52.4%	69.1%
化合物(I)	56.7%	61.2%	72.3%
化合物(IV)	58.3%	59.9%	70.3%
化合物(III)	57.6%	59.8%	69.7%

附图说明

图1是本发明实施例一的合成路线。

图2是本发明的以铱为内核的配合物(VI)在 CH_2Cl_2 溶液(浓度为 $1 \times 10^{-5}\text{M}$) 中 PL 发射谱。

图3是本发明的以铱为内核的配合物(I)在 CH_2Cl_2 溶液(浓度为 $1 \times 10^{-5}\text{M}$) 中 PL 发射谱。

图4是本发明的以铱为内核的配合物(IV)在 CH_2Cl_2 溶液(浓度为 $1 \times 10^{-5}\text{M}$) 中 PL 发射谱。

图5是本发明的以铱为内核的配合物(III)在 CH_2Cl_2 溶液(浓度为 $1 \times 10^{-5}\text{M}$) 中 PL 发射谱。

图6是本发明的以铱为内核的配合物(VI)的红外吸收光谱(KBr 压片)。

图7是本发明的以铱为内核的配合物(I)的红外吸收光谱(KBr 压片)。

图8是本发明的以铱为内核的配合物(IV)的红外吸收光谱(KBr 压片)。

图9是本发明的以铱为内核的配合物(III)的红外吸收光谱(KBr 压片)。

具体实施方式

下面通过具体实施例对本发明的具体实施方式作出进一步的详细说明，本专业的技术人员在阅读了本实施例时，能够理解或实施本发明的制备方法，并按照该方法能够制备出有机磷光材料，但这些具体实施方案不得以任何方式限制本发明的保护范围。

本实施方案所用原料为已知化合物，可在市场上购得，或可用本领域已知的方法合成。

本发明的化合物都是采用铱的氯桥二聚物 $(ppy)_2Ir(\mu-Cl)_2Ir(ppy)_2$ 或 $(tpy)_2Ir(\mu-Cl)_2Ir(tpy)_2$ 与 2-(2-羟基苯基) 苯并噻唑或其衍生物反应制备。其中, 铱的氯桥二聚物 $(ppy)_2Ir(\mu-Cl)_2Ir(ppy)_2$ 或 $(tpy)_2Ir(\mu-Cl)_2Ir(tpy)_2$ 是由三水氯化铱和 2-苯基吡啶或 2-(*p*-甲苯基) 吡啶根据文献方法制备 (Nonoyama, M. *Bull. Chem. Soc. Jpn.* 1974, 47, 767.; King K. A, Finlayson M. F., Spellane, P. J., Watts R. J., *Sci. Pap. Inst. Phys. Chem. Res. (Jpn)* 1984, 78, 97.)。

实施例一

以铱为内核的配合物(VI)的合成

1. 2-(4-三氟甲基-2-羟基苯基) 苯并噻唑的合成:

(1) 量取化学物质原料: 4-三氟甲基水杨酸 $1.270 \pm 0.005g$, 邻氨基硫酚 $0.60 \pm 0.01ml$, 甲苯 $25.0 \pm 1.0ml$, 三氯化磷 $0.50 \pm 0.01ml$ 。

(2) 首先将 $1.270g$ 的 4-三氟甲基水杨酸与 $0.60ml$ 的邻氨基硫酚置入盛有 $25.0ml$ 甲苯溶液的两口瓶中, 用磁子进行搅拌, 加热回流至 $135 \pm 1^\circ C$, 完全溶解后停止加热, 然后回流冷却至室温。

(3) 在步骤(2)所得的溶液中缓慢地滴加三氯化磷 $0.50ml$ 。

(4) 滴加完后, 立即升温至 $135 \pm 1^\circ C$, 搅拌反应 30min 后溶液变得澄清。

(4) 将澄清溶液自然冷却至室温, 有沉淀析出, 真空抽滤, 将收集的产品置入洗涤容器中, 用甲苯洗涤三到四次, 抽滤得白色固体。

(5) 将洗涤后的产物置于真空干燥箱中进行干燥, 然后重结晶, 得到 2-(4-三氟甲基-2-羟基苯基) 苯并噻唑, 产率为 71.2%。

2. 以铱为内核的配合物(VI)的合成

(1) 量取化学原料: 铱的氯桥二聚物 $(ppy)_2Ir(\mu-Cl)_2Ir(ppy)_2$ $0.078mmol$ ($83.6 \pm 0.1mg$), 4FBTZ $0.234mmol$ ($33.2 \pm 0.1mg$), 无水碳酸钾 $129.0 \pm 1.0mg$, 2-乙氧基乙醇 $25 \pm 1ml$ 。

(2) 先通氮气 $15 \pm 1min$, 其流量为 $200 \pm 5ml/min$, 然后将 2-乙氧基乙醇、2-(4-三氟甲基-2-羟基苯基) 苯并噻唑、无水碳酸钾、铱的氯桥二聚物一起置入内有磁子的两口瓶中, 在上述流量下再通氮气 $3 \pm 1min$, 然后减小氮气的流量至 $40 \pm 3ml/min$, 升温至 $60 \pm 3^\circ C$ 回流反应 12 小时, 再升温至 $100 \pm 3^\circ C$ 回流反应 4 小时。

(3) 将反应后所得的溶液自然冷却至室温, 然后加入与瓶内溶液等量的去离子水, 静置 30min, 产生沉淀, 用布氏漏斗抽滤, 获得产物, 产物为红色固体。

(4) 将收集的红色固体置于洗涤容器中, 加入去离子水, 用磁子搅拌洗涤 $15 \pm 1min$, 抽滤, 再分别用甲醇、正己烷进行同样洗涤、抽滤, 得粗产物。

(5) 将粗产物溶解在 4.0 ± 1.0 ml 的二氯甲烷 CH_2Cl_2 中, 以二氯甲烷/乙酸乙酯(体积之比为 3/1) 作为流动相柱层析分离, 得深红色液体, 用旋转蒸发仪旋干, 得红色固体。产率 69.1%

以铱为内核的配合物(VI)的 CH_2Cl_2 溶液(浓度为 1×10^{-5} M)的光致发光峰波长是 606nm。利用除氧的罗明丹 B 的乙醇溶液为标准物质, 测得其量子产率为 0.26。

实施例二

以铱为内核的配合物(I)的合成

1. 2-(2-羟基苯基)苯并噻唑的合成同实施例一。

2. 以铱为内核的配合物(I)的合成同实施例一。红色固体。产率 72.3%。

其核磁共振谱 $^1\text{H NMR}$ (360MHz, CDCl_3): δ , ppm 8.55(d, 2H), 8.36(d, 1H), 8.18(d, 1H), 8.09(d, 2H), 7.61(d, 2H), 7.55(d, 2H), 7.43(d, 2H), 7.38(d, 2H), 7.36(d, 2H), 7.34(s, 1H), 7.31(d, 2H), 7.13(s, 1H), 7.04(d, 2H), 6.97(s, 1H), 6.87(s, 1H).

以铱为内核的配合物(I)的 CH_2Cl_2 溶液(浓度为 1×10^{-5} M)的光致发光峰波长是 590nm; 利用除氧的罗明丹 B 的乙醇溶液为标准物质, 测得其量子产率为 0.26。

实施例三

以铱为内核的配合物(IV)的合成

1. 2-(3-甲基-羟基苯基)苯并噻唑的合成同实施例一。

2. 以铱为内核的配合物(IV)的合成同实施例一。产率: 70.3%。

以铱为内核的配合物(IV)的 CH_2Cl_2 溶液(浓度为 1×10^{-5} M)的光致发光峰波长是 589nm; 利用除氧的罗明丹 B 的乙醇溶液为标准物质, 测得其量子产率为 0.32。

实施例四

以铱为内核的配合物(III)的合成

1. 2-(4-甲基-羟基苯基)苯并噻唑的合成同实施例一。

2. 以铱为内核的配合物(III)的合成同实施例一。产率: 69.7%。

以铱为内核的配合物(III)的 CH_2Cl_2 溶液(浓度为 1×10^{-5} M)的光致发光峰波长是 567nm, 并在 497nm 处出现了一个肩峰。测得其量子产率为 0.32。

实施例五

以铱为内核的配合物(II)的合成

1. 2-(5-甲基-羟基苯基)苯并噻唑的合成同实施例一。

2. 以铱为内核的配合物(II)的合成同实施例一。产率: 67.7%。

实施例六

以铱为内核的配合物(V)的合成

1. 2-(2-羟基苯基)苯并噻唑的合成同实施例一。
2. 以铈为内核的配合物(V)的合成同实施例一。产率：59.7%。

上述以铈为内核的配合物(I) ~ (V)都可以按照实施例一中所描述的以铈为内核的配合物(VI)的制备方法制备，其它以铈为内核的配合物也都可以按照实施例一所描述的方法制备，并能够得到相应的分子结构式材料。

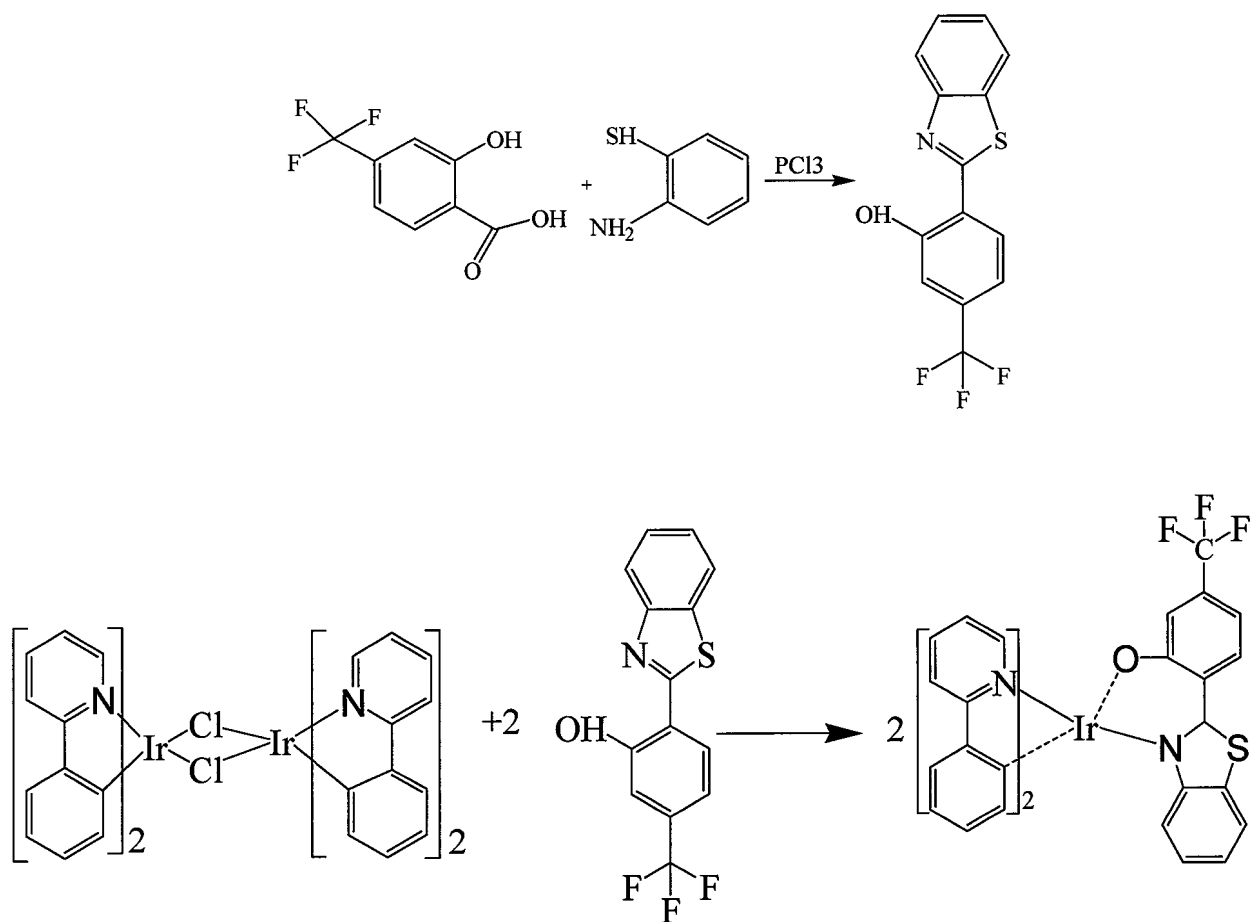


图 1

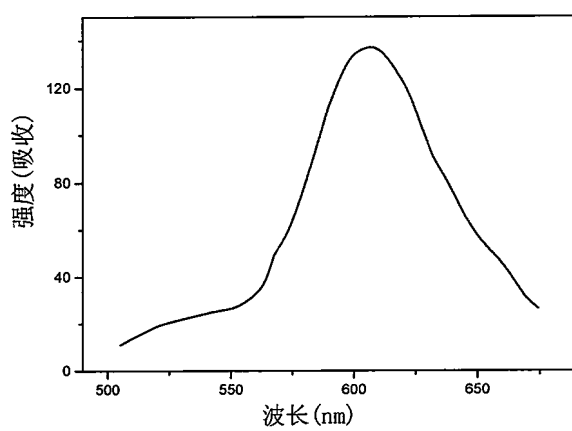


图 2

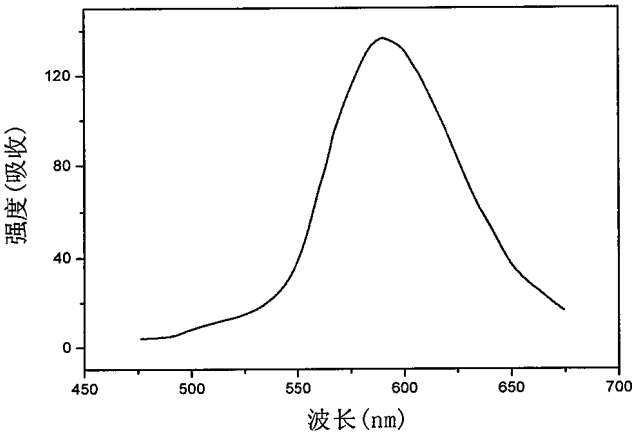


图 3

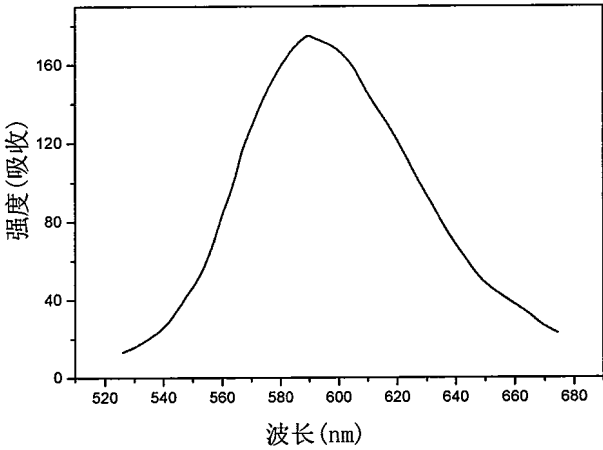


图 4

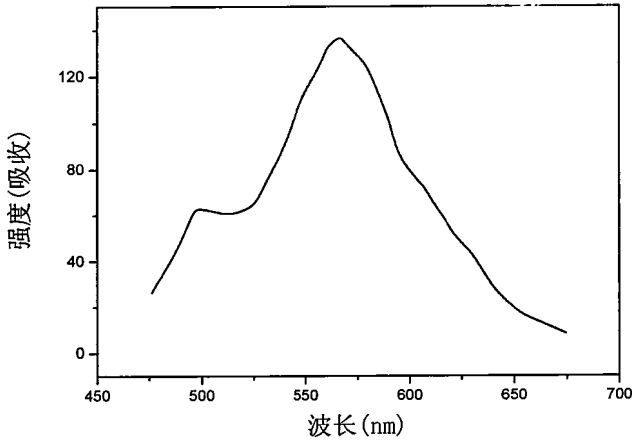


图 5

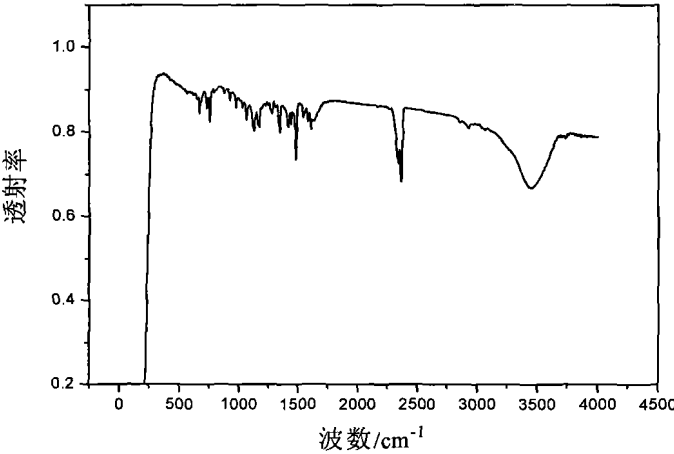


图 6

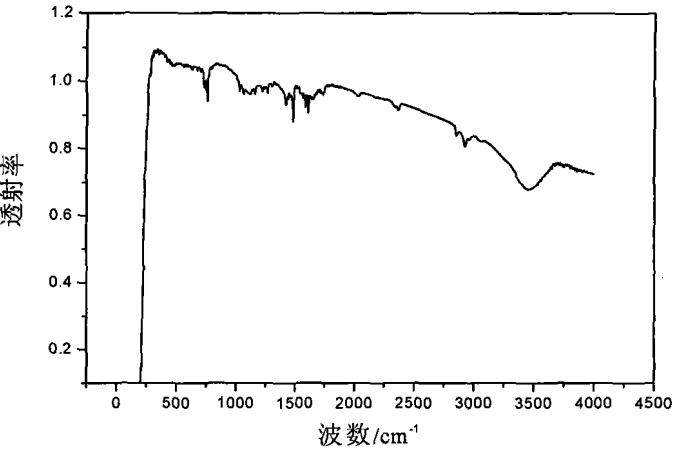


图 7

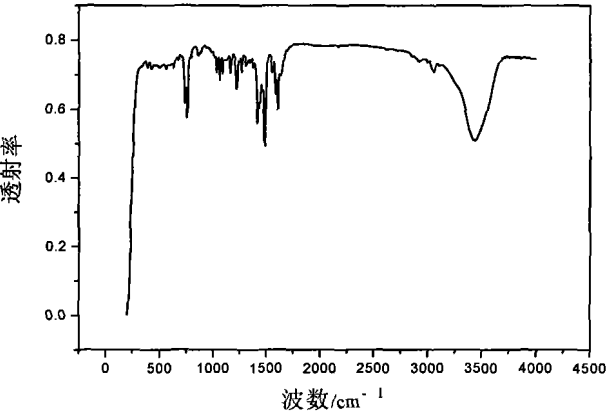


图 8

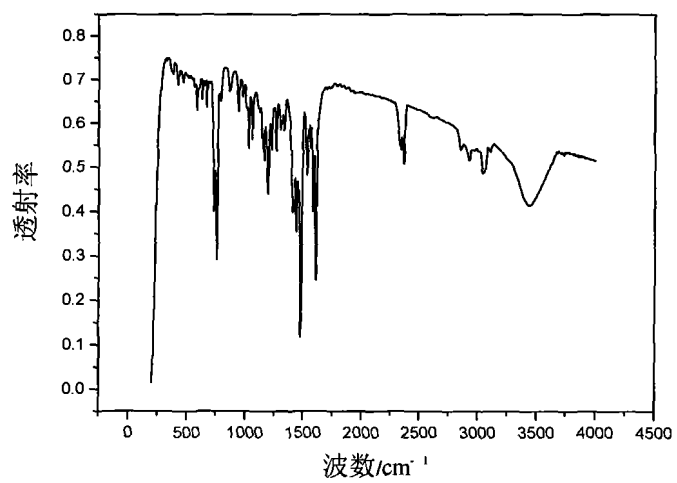
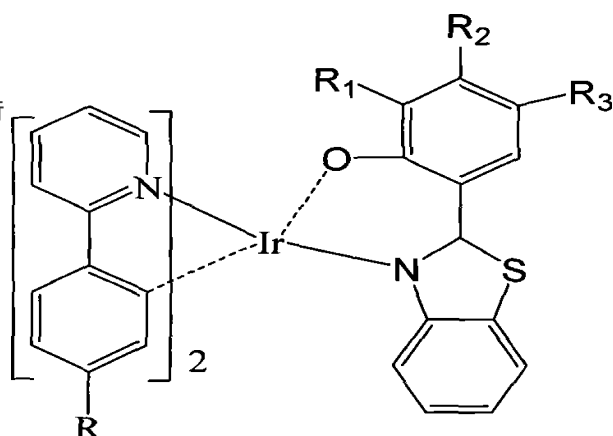


图 9

专利名称(译)	一种以铱为内核的有机磷光材料及其制备方法		
公开(公告)号	CN101481610A	公开(公告)日	2009-07-15
申请号	CN200810080233.1	申请日	2008-12-19
[标]申请(专利权)人(译)	太原理工大学		
申请(专利权)人(译)	太原理工大学		
当前申请(专利权)人(译)	太原理工大学		
[标]发明人	郝玉英 郭晓霞 薛保平 武银兰 许慧侠 许并社		
发明人	郝玉英 郭晓霞 薛保平 武银兰 许慧侠 许并社		
IPC分类号	C09K11/06 C07F15/00		
代理人(译)	戎文华		
其他公开文献	CN101481610B		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

以铱为内核的有机磷光材料及其制备方法是通过水杨酸及衍生物与邻氨基硫酚在三氯化磷的催化下反应,合成2-(2-羟基苯基)苯并噻唑及其衍生物;2-(2-羟基苯基)苯并噻唑及其衍生物与氯桥二聚物(ppy)₂Ir(μ-Cl)₂Ir(ppy)₂按2.5:1的摩尔比,溶解在2-乙氧基乙醇中,N₂氛围,弱碱条件下加热至60℃回流反应14h,再升温至100℃反应2h,自然冷却,加入与溶剂等量的去离子水,析出沉淀,过滤,干燥,用体积比为3/1的二氯甲烷/乙酸乙酯作流动相柱层析、浓缩、干燥得到的以铱为内核的有机磷光材料。本发明与已有技术相比,发生了显著红移,而且2-(2-羟基苯基)苯并噻唑及其衍生物配体易于修饰,工艺简单,与铱配位后的配合物热稳定性好,发光效率高,特别适用于制备有机电致发光器件。



(1)