



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103194216 A

(43) 申请公布日 2013. 07. 10

(21) 申请号 201310133739. 5

(22) 申请日 2013. 04. 17

(71) 申请人 哈尔滨工业大学

地址 150001 黑龙江省哈尔滨市南岗区西大直街 92 号

(72) 发明人 范瑞清 董玉伟 杨玉林 曹文武

(74) 专利代理机构 哈尔滨市松花江专利商标事务所 23109

代理人 王艳萍

(51) Int. Cl.

C09K 11/06 (2006. 01)

C07F 3/14 (2006. 01)

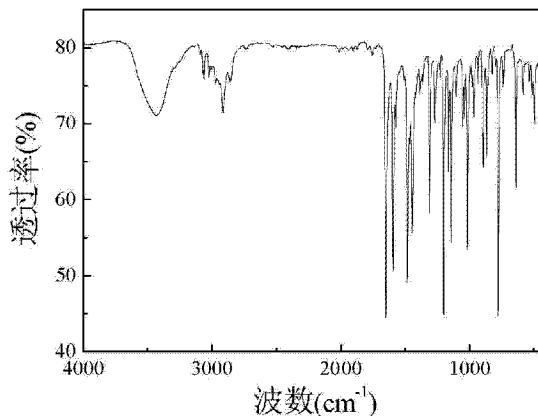
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54) 发明名称

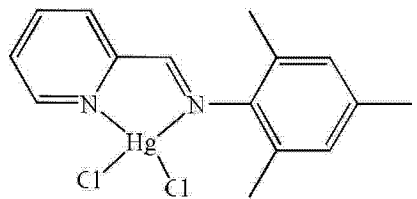
有机绿光材料 [(2, 4, 6- 三甲基苯基)- 吡啶-2- 亚甲基胺]HgCl₂ 及其合成方法

(57) 摘要

有机绿光材料 [(2, 4, 6- 三甲基苯基)- 吡啶-2- 亚甲基胺]HgCl₂ 及其合成方法, 它涉及一种有机绿光材料及其合成方法。本发明解决了现有的绿色有机发光材料的合成方法复杂的技术问题。有机绿光材料 [(2, 4, 6- 三甲基苯基)- 吡啶-2- 亚甲基胺]HgCl₂ 的分子式为 C₁₅H₁₆Cl₂N₂Hg, 制备方法: 将 (2, 4, 6- 三甲基苯基)- 吡啶-2- 亚甲基胺和无水 HgCl₂ 溶于混合有机溶剂中, 加热回流, 搅拌, 趁热过滤, 然后室温挥发, 即得。本发明方法制备产品为晶型完好的单晶; 本发明方法简单易操作且产率高, 达到 65% 以上。本发明属于发光材料的制备领域。



1. 有机绿光材料 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 , 其特征在于有机绿光材料 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 的分子式为 $\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{Hg}$, 其结构式为



2. 权利要求 1 所述有机绿光材料 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 的合成方法, 其特征在于有机绿光材料 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 的合成方法按照以下步骤进行:

一、将 20 ~ 25mg (2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺和 25 ~ 30mg 无水 HgCl_2 溶于混合有机溶剂中, 加热回流, 搅拌 5 小时, 得到黄色反应液;

二、将步骤一产物趁热过滤, 然后室温挥发 3 ~ 10 天, 即得 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 ; 步骤一中所述混合有机溶剂为 CH_3OH 和 CH_2Cl_2 的混合溶液, CH_3OH 与 CH_2Cl_2 的体积比为 1 : 5。

3. 根据权利要求 2 所述有机绿光材料 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 的合成方法, 其特征在于步骤一中将 21 ~ 24mg (2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺和 26 ~ 29mg 无水 HgCl_2 溶于混合有机溶剂中。

4. 根据权利要求 2 所述有机绿光材料 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 的合成方法, 其特征在于步骤一中将 22 ~ 23mg (2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺和 27 ~ 28mg 无水 HgCl_2 溶于混合有机溶剂中。

5. 根据权利要求 2 所述有机绿光材料 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 的合成方法, 其特征在于步骤一中将 22.5mg (2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺和 27.5mg 无水 HgCl_2 溶于混合有机溶剂中。

6. 根据权利要求 2 所述有机绿光材料 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 的合成方法, 其特征在于步骤一中将 21mg (2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺和 29mg 无水 HgCl_2 溶于混合有机溶剂中。

7. 根据权利要求 2 所述有机绿光材料 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 的合成方法, 其特征在于步骤二中室温挥发 4 ~ 9 天。

8. 根据权利要求 2 所述有机绿光材料 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 的合成方法, 其特征在于步骤二中室温挥发 5 ~ 8 天。

9. 根据权利要求 2 所述有机绿光材料 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 的合成方法, 其特征在于步骤二中室温挥发 6 天。

10. 根据权利要求 2 所述有机绿光材料 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 的合成方法, 其特征在于步骤二中室温挥发 7 天。

有机绿光材料 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl₂ 及其合成方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种有机绿光材料及其合成方法。

背景技术

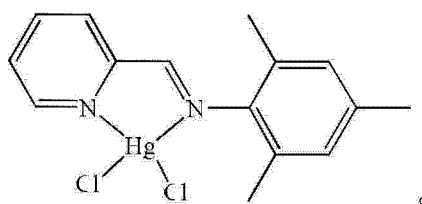
[0002] 发光材料是指在不同类型的激发作用下能够发光的物质,分为无机材料和有机材料。而金属配合物,这类发光材料介于有机物和无机物之间,既具有有机物的高荧光量子效率的特点,又具有无机物稳定性好的优点;并且可通过官能团修饰配体分子来改变发光波长,得到各种颜色的可见光的发光材料,具有荧光强度高、发光色度纯、熔点高、耐热性好等优点,被认为是最有应用前景的一类发光材料。而在有机电致发光器件(OLED)中实现全彩显示,高色纯度和高效率的红、绿、蓝三色基色材料是必备的条件。随着8-羟基喹啉铝这类典型绿光材料的发展,近年来对于高性能绿光器件的研究,都是通过优化器件的结构或者使用高性能主体材料来实现。现有的绿色有机发光材料存在合成方法复杂、成本高的技术问题。因此,开发新型的发光色度高、寿命长和稳定性好的有机小分子绿光材料具有重要的研究意义。

发明内容

[0003] 本发明解决了现有的绿色有机发光材料的合成方法复杂的技术问题,提供了一种有机绿光材料 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺]HgCl₂ 及其合成方法。

[0004] 有机绿光材料 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺]HgCl₂ 的分子式为 C₁₅H₁₆Cl₂N₂Hg, 其结构式为

[0005]



[0006] 有机绿光材料 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺]HgCl₂ 的合成方法按照以下步骤进行:

[0007] 一、将 20 ~ 25mg (2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺和 25 ~ 30mg 无水 HgCl₂ 溶于混合有机溶剂中,加热回流,搅拌 5 小时,得到黄色反应液;

[0008] 二、将步骤一产物趁热过滤,然后室温挥发 3 ~ 10 天,即得 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺]HgCl₂;步骤一中所述混合有机溶剂为 CH₃OH 和 CH₂Cl₂ 的混合溶液,CH₃OH 与 CH₂Cl₂ 的体积比为 1 : 5。

[0009] 本发明方法制备产品为晶型完好的单晶;本发明制得汞配合物经发光性能测试,在室温固态下的最大发射波长为 $\lambda_{\max} = 541\text{nm}$;而在二氯甲烷溶液中的最大发射波长为 $\lambda_{\max} = 408\text{nm}$,呈现的单色性较好。由于固态分子内的相互作用可以有效地减少了

HOMO-LUMO 的能量差距,进而使发射峰红移了 133nm,表现出纯度极高的绿光,并且稳定性强,可在空气中长时间放置。本发明方法简单易操作且产率高,达到 65% 以上。

附图说明

[0010] 图 1 是试验一所得 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 的晶体结构图;

[0011] 图 2 是试验一所得 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 的红外光谱图;

[0012] 图 3 是试验一所得 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 的荧光光谱图;

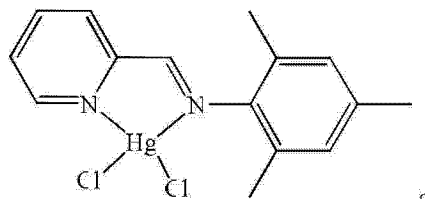
[0013] 图 4 是试验一所得 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 的荧光寿命谱图。

具体实施方式

[0014] 本发明技术方案不局限于以下所列举具体实施方式,还包括各具体实施方式间的任意组合。

[0015] 具体实施方式一:本实施方式有机绿光材料 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 的分子式为 $\text{C}_{16}\text{H}_{16}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{Hg}$, 其结构式为

[0016]



[0017] 具体实施方式二:具体实施方式一所述有机绿光材料 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 的合成方法,其特征在于有机绿光材料 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 的合成方法按照以下步骤进行:

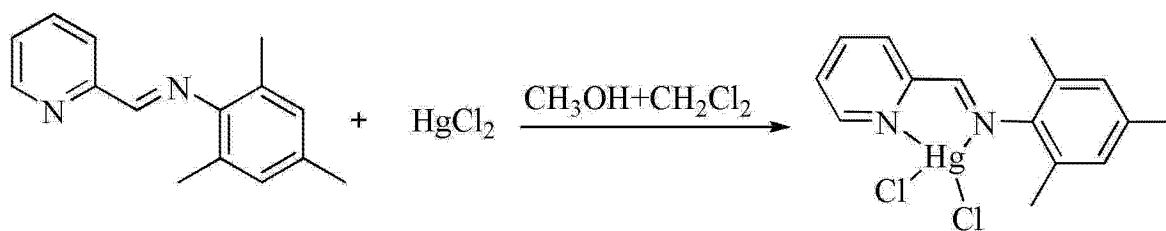
[0018] 一、将 20 ~ 25mg (2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺和 25 ~ 30mg 无水 HgCl_2 溶于混合有机溶剂中,加热回流,搅拌 5 小时,得到黄色反应液;

[0019] 二、将步骤一产物趁热过滤,然后室温挥发 3 ~ 10 天,即得 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 ;步骤一中所述混合有机溶剂为 CH_3OH 和 CH_2Cl_2 的混合溶液, CH_3OH 与 CH_2Cl_2 的体积比为 1 : 5。

[0020] 本实施方式的产率为 65.20%, 本实施方式制得的 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 为黄色晶型完好的单晶晶体,呈现绿色荧光,稳定性强,可在空气中长时间放置。

[0021] 本实施方式的反应方程式如下

[0022]



[0023] 具体实施方式三：本实施方式与具体实施方式二同的是步骤一中将 21 ~ 24mg (2, 4, 6- 三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺和 26 ~ 29mg 无水 HgCl_2 溶于混合有机溶剂中。其它与具体实施方式二相同。

[0024] 具体实施方式四：本实施方式与具体实施方式二至三之一不同的是步骤一中将 22 ~ 23mg (2, 4, 6- 三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺和 27 ~ 28mg 无水 HgCl_2 溶于混合有机溶剂中。其它与具体实施方式二至三之一相同。

[0025] 具体实施方式五：本实施方式与具体实施方式二至四之一不同的是步骤一中将 22.5mg (2, 4, 6- 三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺和 27.5mg 无水 HgCl_2 溶于混合有机溶剂中。其它与具体实施方式二至四之一相同。

[0026] 具体实施方式六：本实施方式与具体实施方式二至五之一不同的是步骤一中将 21mg (2, 4, 6- 三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺和 29mg 无水 HgCl_2 溶于混合有机溶剂中。其它与具体实施方式二至五之一相同。

[0027] 具体实施方式七：本实施方式与具体实施方式二至六之一不同的是步骤二中室温挥发 4 ~ 9 天。其它与具体实施方式二至六之一相同。

[0028] 具体实施方式八：本实施方式与具体实施方式二至七之一不同的是步骤二中室温挥发 5 ~ 8 天。其它与具体实施方式二至七之一相同。

[0029] 具体实施方式九：本实施方式与具体实施方式二至八之一不同的是步骤二中室温挥发 6 天。其它与具体实施方式二至八之一相同。

[0030] 具体实施方式十：本实施方式与具体实施方式二至九之一不同的是步骤二中室温挥发 7 天。其它与具体实施方式二至九之一相同。

[0031] 采用下述试验验证本发明效果：

[0032] 试验一：

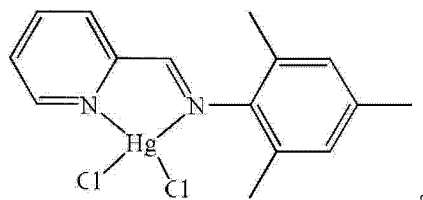
[0033] 有机绿光材料 [(2, 4, 6- 三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 的合成方法按照以下步骤进行：

[0034] 一、将 23mg (2, 4, 6- 三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺和 27mg 无水 HgCl_2 溶于混合有机溶剂中，加热回流，搅拌 5 小时，得到黄色反应液；

[0035] 二、将步骤一产物趁热过滤，然后室温挥发 3 天，即得 [(2, 4, 6- 三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 ；步骤一中所述混合有机溶剂为 CH_3OH 和 CH_2Cl_2 的混合溶液， CH_3OH 与 CH_2Cl_2 的体积比为 1 : 5。

[0036] 有机绿光材料 [(2, 4, 6- 三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 的分子式为 $\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{Hg}$ ，其结构式为

[0037]



[0038] 本试验的产率为 65.20%，产品为黄色晶型完好的单晶晶体，产物呈现绿色荧光，而且所呈现的单色性能比较好，最大发射峰波长为 $\lambda_{\max} = 541\text{nm}$ 。稳定性强，可在空气中长时间放置。

[0039] 本试验制得产物的晶体结构图如图 1 所示，从图 1 可以看出本试验制得产物为晶型完好的单晶晶体。

[0040] 本试验制得产物的红外光谱图如图 2 所示，从图 2 可以看出本试验制得产物为 [(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺] HgCl_2 。

[0041] 本试验制得产物的荧光光谱图如图 3 所示，从图 3 可以看出本试验制得产物呈现绿色荧光，而且所呈现的单色性能比较好，最大发射峰波长为 $\lambda_{\max} = 541\text{nm}$ 。

[0042] 本试验制得产物的荧光寿命谱图如图 4 所示，从图 4 可以看出本试验制得产物的荧光寿命 $7.13\mu\text{s}$ 。

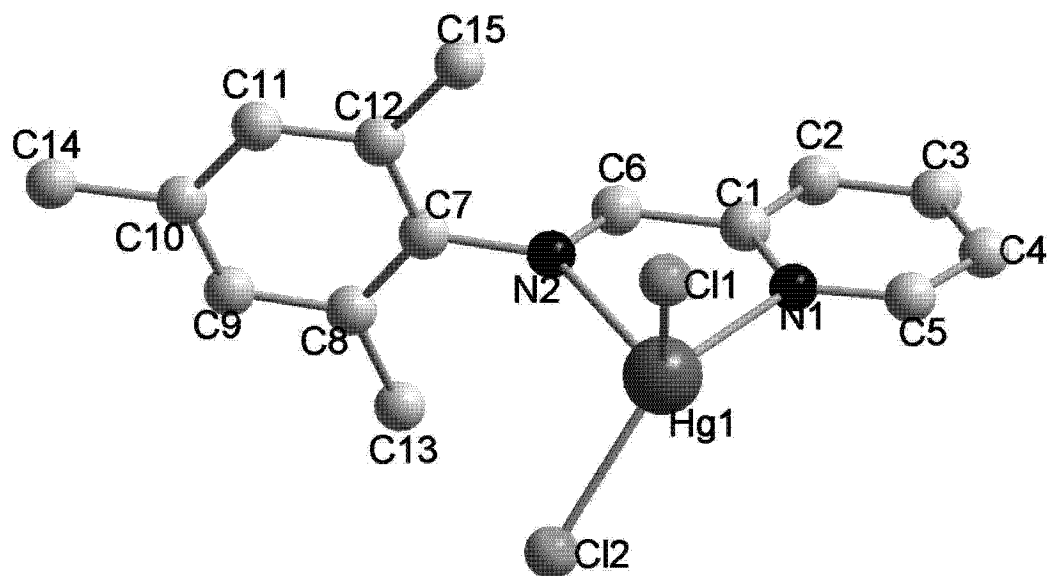


图 1

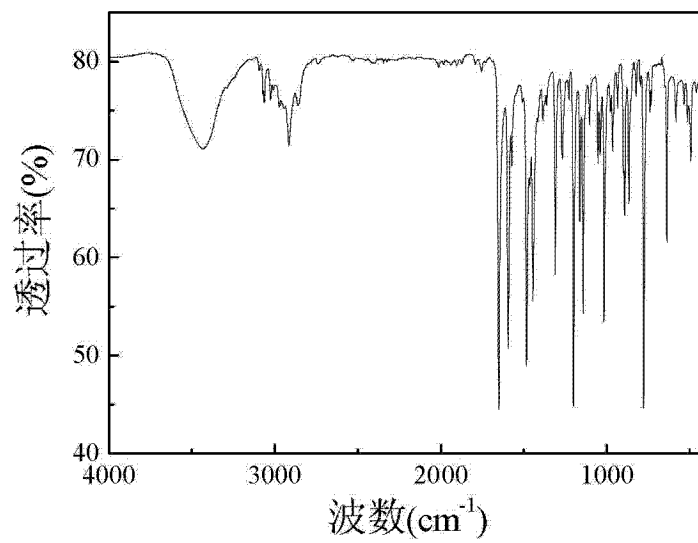


图 2

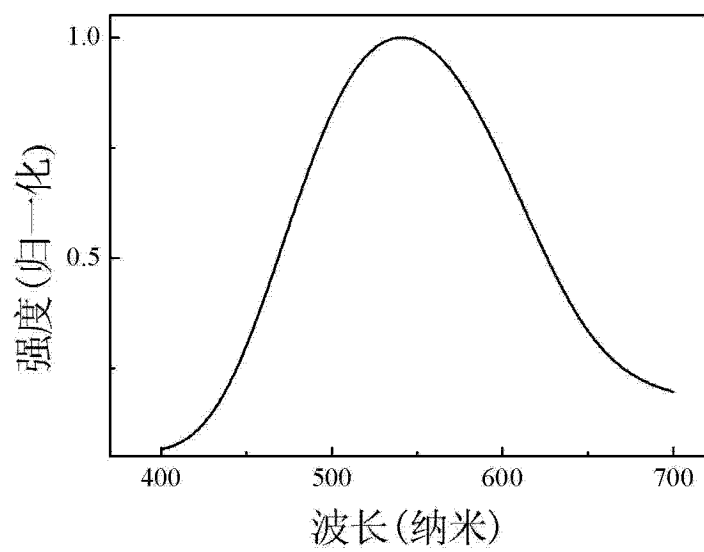


图 3

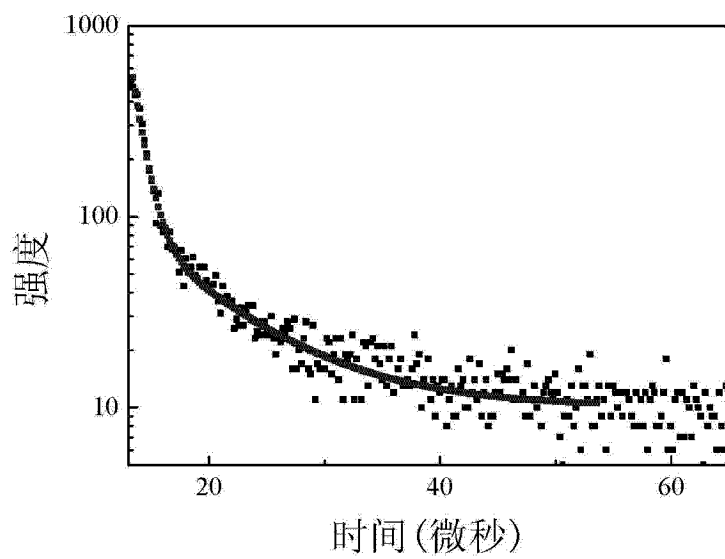


图 4

专利名称(译)	有机绿光材料[(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺]HgCl ₂ 及其合成方法		
公开(公告)号	CN103194216A	公开(公告)日	2013-07-10
申请号	CN201310133739.5	申请日	2013-04-17
[标]申请(专利权)人(译)	哈尔滨工业大学		
申请(专利权)人(译)	哈尔滨工业大学		
当前申请(专利权)人(译)	哈尔滨工业大学		
[标]发明人	范瑞清 董玉伟 杨玉林 曹文武		
发明人	范瑞清 董玉伟 杨玉林 曹文武		
IPC分类号	C09K11/06 C07F3/14		
代理人(译)	王艳萍		
其他公开文献	CN103194216B		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

有机绿光材料[(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺]HgCl₂及其合成方法，它涉及一种有机绿光材料及其合成方法。本发明解决了现有的绿色有机发光材料的合成方法复杂的技术问题。有机绿光材料[(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺]HgCl₂的分子式为C₁₅H₁₆Cl₂N₂Hg，制备方法：将(2,4,6-三甲基苯基)-吡啶-2-亚甲基胺和无水HgCl₂溶于混合有机溶剂中，加热回流，搅拌，趁热过滤，然后室温挥发，即得。本发明方法制备产品为晶型完好的单晶；本发明方法简单易操作且产率高，达到65%以上。本发明属于发光材料的制备领域。

