

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002 - 212185

(P2002 - 212185A)

(43)公開日 平成14年7月31日(2002.7.31)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マコード (参考)
C 0 7 D487/06		C 0 7 D487/06	3 K 0 0 7
C 0 9 B 57/08		C 0 9 B 57/08	A 4 C 0 5 0
H 0 5 B 33/14		H 0 5 B 33/14	B
// C 0 9 K 11/06	650	C 0 9 K 11/06	650

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 5 数)

(21)出願番号 特願2001 - 14899(P2001 - 14899)

(22)出願日 平成13年1月23日(2001.1.23)

(71)出願人 000005968

三菱化学株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目5番2号

(72)発明者 村田 勇吉

神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地

三菱化学株式会社横浜総合研究所内

(74)代理人 100068065

弁理士 長谷川 一 (外 3 名)

F ターム (参考) 3K007 AB04 EB00 FA00

4C050 AA02 AA08 BB08 CC07 EE03

FF01 GG03 HH01

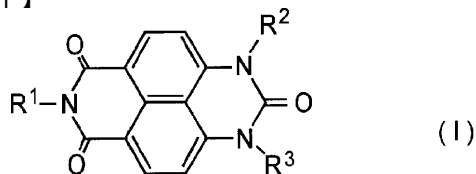
(54)【発明の名称】 ペリミドン環含有ナフタル酸イミド系化合物、その製造方法及び青色蛍光色素

(57)【要約】

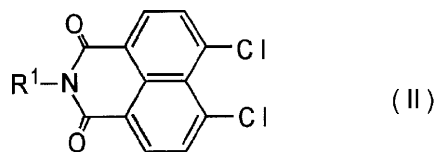
【課題】 蛍光増白剤、有機電界発光素子用発光材料として有用なペリミドン環含有新規ナフタル酸イミド系化合物、その製造方法及び青色蛍光色素を提供する。

【解決手段】 下記構造式 (I) で表されるペリミドン環含有ナフタル酸イミド系化合物及び該化合物からなる青色蛍光色素であって、該化合物は、下記構造式(II)の化合物と構造式(III)の尿素誘導体を反応させることにより製造される。

【化 1】



【化 2】

【化 3】 $R^2 \text{ NH} - \text{CO} - \text{NHR}^3$ (III)

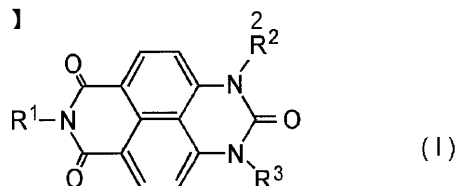
(式 (I) ~ (III) 中、 R^1 、 R^2 及び R^3 はそれぞれ置換基を有していても良いアルキル基、アリール基、シクロアルキル基又はアルケニル基を表す。)

1

【特許請求の範囲】

【請求項 1】下記構造式 (I) で表されるペリミドン環含有ナフタル酸イミド系化合物。

【化 1】



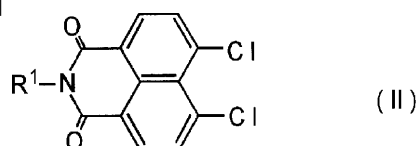
(式中、R¹、R²及びR³は置換基を有していても良いアルキル基、置換基を有していても良いアリール基、置換基を有していても良いシクロアルキル基あるいは置換基を有していても良いアルケニル基を表す。)

【請求項 2】上記構造式 (I) において、R¹、R²及びR³が炭素数 1 ~ 4 のアルキル基であることよりなる請求項 1 に記載のペリミドン環含有ナフタル酸イミド系化合物。

【請求項 3】請求項 1 に記載のペリミドン環含有ナフタル酸イミド系化合物からなる青色蛍光色素。

【請求項 4】下記構造式 (II) で表されるナフタル酸イミド類と

【化 2】



(式中、R¹は前記式 (I) におけると同じ意味を表す。)

下記式 (III)



(式中、R²及びR³は前記式 (I) におけると同じ意味を表す。) で表される尿素誘導体とを反応させることを特徴とする請求項 1 に記載のペリミドン環含有ナフタル酸イミド系化合物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

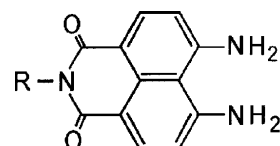
【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は蛍光増白剤、電界発光素子用青色発光材料などに有用な新規な蛍光性ペリミドン環含有ナフタル酸イミド系化合物、その製造方法並びに該化合物よりなる青色蛍光色素に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、ナフタル酸イミド系化合物は蛍光増白剤、有機電界発光素子用青色発光材などとして種々の構造の化合物が検討されているが、ペリミドン環を含有したナフタル酸イミド系化合物は余り知られておらず、僅かに下記構造式で示される 4, 5 - ジアミノ - ナフタル酸イミド系化合物に

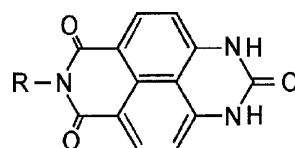
【化 3】



(式中 R はアルキル基、フェニル基を表す。)

ホスゲンを用いることにより下記構造式で表される化合物が合成できる事が報告されているのみである (Jusutis Liebig's Ann.Chem. (1968), 716, 147~55)。

【化 4】



(式中 R はアルキル基、フェニル基を表す)

【0003】

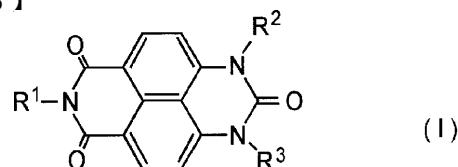
【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、蛍光増白剤、青色有機電界発光素子用などとして有用であるペリミドン環含有ナフタル酸イミド系新規蛍光性化合物とその製造方法、並びに青色蛍光色素を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明は、下記構造式 (I) で表されるペリミドン環含有ナフタル酸イミド系化合物及び該化合物からなる青色蛍光色素を要旨とするものである。

【化 5】

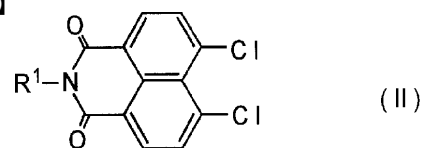
30



(式中、R¹、R²及びR³は置換基を有していても良いアルキル基、置換基を有していても良いアリール基、置換基を有していても良いシクロアルキル基あるいは置換基を有していても良いアルケニル基を表す。)

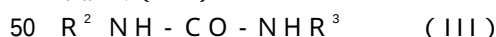
【0005】本発明の他の要旨は、下記構造式 (II) で表されるナフタル酸イミド類と

【化 6】



(式中、R¹は、前記式 (I) におけると同じ意味を表す。)

下記式 (III)



50

(式中、 R_2 及び R_3 は前記式 (I) におけると同じ意味を表す。) で表される尿素誘導体とを反応させることによりなる前記構造式 (I) で表されるペリミドン環含有ナフタル酸イミド系化合物の製造方法に存する。

【0006】

【発明の実施の形態】以下に本発明の実施の形態を詳細に説明する。本発明の前記構造式 (I) で表されるペリミドン環含有ナフタル酸イミド系化合物は、前記構造式 (II) で表される 4, 5 - ジクロロナフタル酸イミド類と前記構造式 (III) で表される尿素誘導体とを、反応に不活性な溶媒中あるいは無溶媒下で加熱し、縮合反応させることにより製造される。反応に使用される不活性な溶媒としてはニトロベンゼン、オルトジクロロベンゼン、トリクロロベンゼン、ジグライム類、アルキルナフタレン類などの沸点 100 以上程度の高沸点溶媒が適当である。また、反応温度としては、通常、100 ~ 250 が適当である。反応生成物の取り出し方法としては、反応終了後、反応液を冷却し、必要に応じてメタノールなどの低溶解性の溶媒で希釈することにより目的物の結晶を析出させる。析出した結晶を濾取し、必要に応じて再結晶、クロマトグラフィー、昇華などの方法で精製すればよい。

【0007】本発明のペリミドン環含有ナフタル酸イミド系化合物は、前記構造式 (I) で示され、構造式 (I) 及び (III) で示される化合物から製造されるが、これらの前記構造式 (I)、(II) 及び (III) において、 R^1 、 R^2 及び R^3 で表される置換基を有していても良いアルキル基としては、炭素数が通常 1 ~ 10 の直鎖状若しくは分岐状のもの、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基等が挙げられ、炭素数 1 ~ 4 のアルキル基が好ましい。置換基を有していても良いアルケニル基としては、炭素数が通常 2 ~ 10 の直鎖状若しくは分岐のもの、例えば、ビニル基、アリル基、プロペニル基、ブテニル基、ペンテニル基等が挙げられ、又置換基を有していても良いシクロアルキル基としては、炭素数が通常 4 ~ 7 のもの、例えば、シクロペンチル基、シクロヘキシル基、シクロヘプチル基等が挙げられ、更

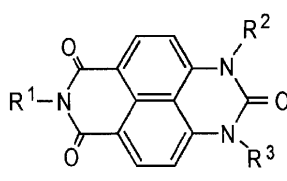
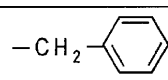
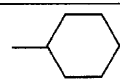
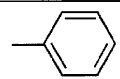
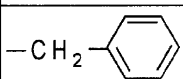
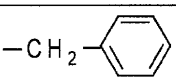
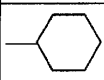
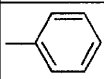
に置換基を有していても良い、アリール基としては、例えば、フェニル基、ナフチル基等が挙げられる。好ましい基としては炭素数 1 ~ 8 のアルキル基、炭素数 5 ~ 6 のシクロアルキル基があげられ、中でも炭素数 1 ~ 4 のアルキル基が好ましい。

【0008】これらのアルキル基、アルケニル基、シクロアルキル基及びアリール基が有し得る置換基としては、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基等の炭素数が通常 1 ~ 8 のアルキル基；メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、ブトキシ基等の炭素数が通常 1 ~ 4 のアルコキシ基；アセチル基、プロピオニル基、ブチリル基、ベンゾイル基等のアシル基；アセチルオキシ基、プロピオニルオキシ基、ブチリルオキシ基、ベンゾイルオキシ基等のアシルオキシ基；メトキシカルボニル基、エトキシカルボニル基、プロポキシカルボニル基、ブトキシカルボニル基、ヘキシルオキシカルボニル基等のアルコキシカルボニル基；メトキシカルボニルオキシ基、エトキシカルボニルオキシ基、プロポキシカルボニルオキシ基、ブトキシカルボニルオキシ基、ヘキシルオキシカルボニルオキシ基等のアルコキシカルボニルオキシ基；アリルオキシ基等のアルケニルオキシ基；フェニル基等のアリール基；フェノキシ基等のアリールオキシ基；フリル基、テトラヒドロフリル基、ピラニル基、テトラヒドロピラニル基等の複素環基が挙げられ、更にカルボキシ基、ヒドロキシ基、アミノ基、ニトロ基、シアノ基、ハロゲン原子等も挙げることができる。なお、これらの置換基は、更に置換基を有していてもよい。また、本明細書中において、「プロピル」、「ブチル」等の表現は、それぞれ可能な全ての異性体を含むものとし、例えば、「プロピル」及び「ブチル」の場合、それぞれが、「n-プロピル」「i-プロピル」を、又[n-ブチル]、「i-ブチル」、「t-ブチル」、「s-ブチル」の何れをも含むものとする。

【0009】前記構造式 (I) で表される、本発明のペリミドン環含有ナフタル酸イミド系化合物の具体例を表 1 に示す。

【表 1】

表 1

 (I)			
No	R ¹	R ²	R ³
1	CH ₃	CH ₃	CH ₃
2	(i) C ₃ H ₇	CH ₃	CH ₃
3	(n) C ₈ H ₁₇	CH ₃	CH ₃
4	(CH ₂) ₃ OCH ₃	CH ₃	CH ₃
5		CH ₃	CH ₃
6		CH ₃	CH ₃
7		CH ₃	CH ₃
8	CH ₂ CH=CH ₂	CH ₃	CH ₃
9	CH ₃	(n) C ₈ H ₁₇	(n) C ₈ H ₁₇
10	CH ₃		
11	CH ₃		
12	CH ₃		
13	CH ₃	(CH ₂) ₃ OCH ₃	(CH ₂) ₃ OCH ₃

【0010】

【実施例】以下、実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明はその要旨を越えない限り、以下の実施例に制約されるものではない。なお、以下の実施例に於ける化合物のNo. は表1の化合物のNo. に対応する。また「部」は重量部を意味する。

【0011】実施例1

4, 5 - ジクロロナフタル酸 - N - メチルイミド 5.6 g、N, N' - ジメチル尿素 17.6 g をニトロベンゼン 50 ml 中に仕込み、還流下で2時間反応した後、室温迄冷却した。次いで、反応液にメタノール 100 ml 添加し、析出した結晶を濾取、乾燥し、淡黄色の結晶 1.2 g を得た。その結晶をクロロホルムに溶解し、カラムクロマトグラフィーにより精製し淡黄色結晶 0.65 g を得た。この物は薄層クロマトグラフィーでワンスポットを示し、マスペクトル測定の結果、親イオンピークとして $m/z = 295$ が検出されたので表1, N

o. 1の化合物であると考えられる。この物の吸収スペクトル及び蛍光スペクトルの測定結果は下記の通りであり、強い青緑色の蛍光を示した。

吸収スペクトル (溶媒: クロロホルム)

λ_{max} : 423 nm (ϵ : 25,000)

蛍光スペクトル (溶媒: クロロホルム)

λ_{max} : 460 nm

【0012】実施例2

4, 5 - ジクロロナフタル酸 - N - イソプロピルイミド 2.5 g、N, N' - ジメチル尿素 7.2 g をニトロベンゼン 20 ml 中に仕込み、還流下で2時間反応した後、室温迄冷却した。ついで、反応液にメタノール 50 ml 添加し、析出した結晶を濾取、乾燥し、淡黄色の結晶 1.5 g を得た。その結晶をクロロホルムに溶解し、カラムクロマトグラフィーにより精製し淡黄色結晶 0.85 g を得た。この物は薄層クロマトグラフィーでワンスポットを示し、マスペクトル測定の結果、親イオン

ピークとして $m/z = 323$ が検出されたので表 1, No. 2 の化合物であると考えられる。この物の吸収スペクトル及び蛍光スペクトルの測定結果は下記の通りであり、強い青緑色の蛍光を示した。

吸収スペクトル (溶媒: クロロホルム)

$\lambda_{\max} : 423 \text{ nm} (\epsilon : 24,000)$

蛍光スペクトル (溶媒: クロロホルム)

$\lambda_{\max} : 460 \text{ nm}$

【0013】

【発明の効果】本発明のペリミドン環含有ナフタル酸イミド系化合物は新規な化合物であり、強い青緑色の蛍光を有し、蛍光増白剤、有機電界発光素子用発光材として有用である。

专利名称(译)	含有嘧啶酮环的萘二甲酰亚胺化合物，其制备方法和蓝色荧光染料		
公开(公告)号	JP2002212185A	公开(公告)日	2002-07-31
申请号	JP2001014899	申请日	2001-01-23
[标]申请(专利权)人(译)	三菱化学株式会社		
申请(专利权)人(译)	三菱化学株式会社		
[标]发明人	村田勇吉		
发明人	村田 勇吉		
IPC分类号	H01L51/50 C07D487/06 C09B57/08 C09K11/06 H05B33/14		
FI分类号	C07D487/06 C09B57/08.A H05B33/14.B C09K11/06.650		
F-TERM分类号	3K007/AB04 3K007/EB00 3K007/FA00 4C050/AA02 4C050/AA08 4C050/BB08 4C050/CC07 4C050/EE03 4C050/FF01 4C050/GG03 4C050/HH01 3K107/AA01 3K107/CC02 3K107/CC07 3K107/DD59 3K107/DD66		
其他公开文献	JP4046946B2		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题提供具有可用作荧光增白剂的perimidon环的新型含萘酰亚胺环化合物和用于有机电致发光器件的发光材料，其制备方法和蓝色荧光染料。 溶液：这是一种蓝色荧光染料，其包含由下列结构式(I)表示的含有perimidon环的萘酰亚胺基化合物和包含该化合物的蓝色荧光染料，其中该化合物是由以下结构式(II)表示的化合物III) 尿素衍生物作为原料。 嵌入图片 嵌入图片 R² NH - CO - NHR³ (III) (在式(I)至(III)中，R¹，R²和R³可各自具有取代基良好的烷基，芳基，环烷基或链烯基。

【化1】

