（此處由本局於收文時黏貼條碼）

754429

發明專利說明書 200536924

（本申請書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫）

※申請案號：93128267

※申請日期：93 年 09 月 17 日　　※IPC 分類：C09K11/06

一、發明名稱：

(中) 3，8－二鹵素化－1，6－取代芘及其製造方法

(英)

二、申請人：(共 1 人)

1.姓　名：（中）出光興產股份有限公司
（英）IDEMITSU KOSAN CO.,LTD.
代表人：（中）1.富永一途
（英）1.TOMINAGA, KAZUTO
地　址：（中）日本國東京都千代田區丸之內三丁目一番一號
（英）1-1, Marunouchi 3-chome, Chiyoda-ku, Tokyo, Japan
國籍：（中英）日本　JAPAN

三、發明人：(共 1 人)

1.姓　名：（中）舟橋正和
（英）FUNAHASHI, MASAKAZU
國　籍：（中）日本
（英）JAPAN

四、聲明事項：

◎本案申請前已向下列國家（地區）申請專利☐主張國際優先權：
【格式請依：受理國家（地區）；申請日；申請案號數　順序註記】
1.日本　；2004/05/12；2004-141900 ☑有主張優先權

（此處由本局於收文時黏貼條碼）

754429

發明專利說明書 200536924

（本申請書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫）

※申請案號：93128267

※申請日期：93 年 09 月 17 日　　※IPC 分類：C09K11/06

一、發明名稱：

(中) 3，8－二鹵素化－1，6－取代芘及其製造方法

(英)

二、申請人：(共 1 人)

1.姓　名：（中）出光興產股份有限公司
（英）IDEMITSU KOSAN CO.,LTD.
代表人：（中）1.富永一途
（英）1.TOMINAGA, KAZUTO
地　址：（中）日本國東京都千代田區丸之內三丁目一番一號
（英）1-1, Marunouchi 3-chome, Chiyoda-ku, Tokyo, Japan
國籍：（中英）日本　JAPAN

三、發明人：(共 1 人)

1.姓　名：（中）舟橋正和
（英）FUNAHASHI, MASAKAZU
國　籍：（中）日本
（英）JAPAN

四、聲明事項：

◎本案申請前已向下列國家（地區）申請專利☐主張國際優先權：
【格式請依：受理國家（地區）；申請日；申請案號數　順序註記】
1.日本　；2004/05/12；2004-141900 ☑有主張優先權

(1)

九、發明說明

【發明所屬之技術領域】

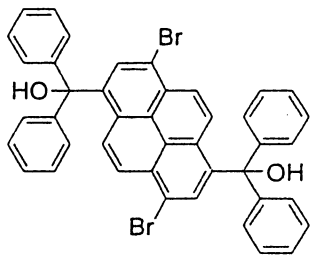
本發明係關於一種作爲 3,8－二鹵素化－1,6－取代芘及其製造方法。

【先前技術】

3,8－二鹵素化－1,6－取代芘係將鹵素化基爲反應點，可衍生爲各種的 4 取代芘化合物，且爲作爲染料等之中間體，特別是作爲電子照相感光體之電荷輸送材料、有機電致發光元件用材料及有機電致發光元件用之電洞輸送材料與發光材料之中間體爲有用的化合物。

關於 3,8－二溴－1,6－取代芘衍生物係揭示於 Journal of Materials Chemistry,2000,10,315－319 中，取代基 3,5－二－第三丁基苯基。

又，Math.－fys. Medd（1941）,18 卷,22 中揭示出下述構造之化合物。



已知一般製得將芘溴化，可製得 1,6－取代二溴芘與 1,8－取代二溴芘之混合物〔Journal of Chemical Society Perkin、1、1622（1972）等〕，（1,6－）體係欲容易提高結晶性，經由再結晶可製得高純度品，而（1,8）體係欲容易降低結晶性而無法提昇純度。

(2)

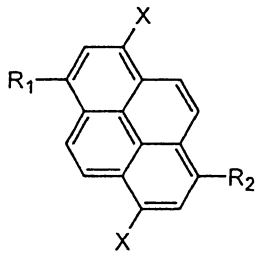
本發明係提供一種作爲前述之中間體爲有用的新穎的3,8－二鹵素化－1,6－取代芘及其效率的製造方法作爲目的。

【發明內容】

本發明者們係欲達成該目的而專心研究之結果，發現作爲起始原料係使用 1,6－取代基芘，經由 3,8－二鹵素化，可有效製造 3,8－二鹵素化－1,6－取代芘，以完成本發明。

即，本發明係提供一種 3,8－二鹵素化－1,6－取代芘，其特徵爲下述

1.一般式（2）



(2)

（式中，R_1 及 R_2 係各自獨立之、取代或不取代之碳數 1～50 之烷基、取代或不取代之碳數 5～50 之芳基、取代或不取代之碳數 7～50 之芳烷基、取代或不取代之碳數 3～50 之環烷基、取代或不取代之碳數 1～50 之烷氧基、取代或不取代之碳數 5～50 芳氧基、鹵原子、氰基或甲矽烷基，X 係鹵原子。）所示；

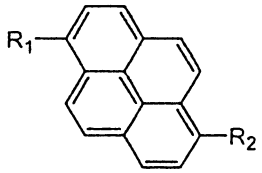
2.如前述 1 之 3,8－二鹵素化－1,6－取代芘，其中 R_1

(3)

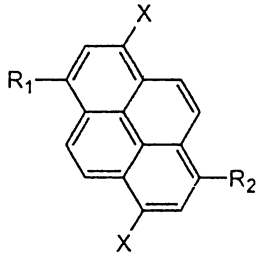
及 R_2 爲選自取代或不取代之碳數 1～50 之烷基、取代或不取代之碳數 5～50 之芳基、取代或不取代基之碳數 7～50 之芳烷基、取代或不取代之碳數 3～50 之環烷基；

3.如前述 1 之 3,8－二鹵素化－1,6－取代芘，其中 X 爲溴原子；

4.一種下述一般式（2）所示之 3,8－二鹵素化－1,6－取代芘之製造方法，其特徵爲將下述一般式（1）



（式中，R_1 及 R_2 係各自獨立之，取代或不取代之碳數 1～50 之烷基、取代或不取代之碳數 5～50 之芳基、取代或不取代之碳數 7～50 之芳烷基、取代或不取代之碳數 3～50 之環烷基、取代或不取代之碳數 1～50 之烷氧基、取代或不取代之碳數 5～50 之芳氧基、鹵原子、氰基或甲矽烷基）所示之 1,6－取代芘爲鹵素化所得者



（式中，X 係鹵原子，R_1 及 R_2 係與前述相同）；

5.如前述 4 之 3,8－二鹵素化－1,6－取代芘之製造方法，其中 R_1 及 R_2 爲選自取代或不取代之碳數 1～50 之烷基、取代或不取代之碳數 5～50 之芳基、取代或不取代之碳數 7～50 之芳烷基、取代或不取代之碳數 3～50 之環烷

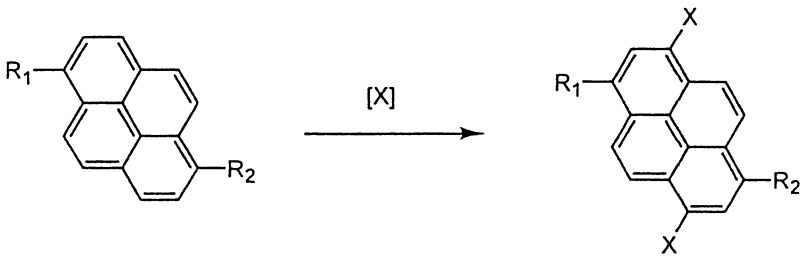
(4)

基；

6.如前述 4 之 3,8－二鹵素－1,6－取代芘之製造方法，其中鹵素化劑爲 N－溴丁二醯亞胺。

欲實施本發明之最佳形態

本發明之一般式（2）所示之 3,8－二鹵素化－1,6－取代芘之製造方法係將下述一般式（1）所示之 1,6－取代芘鹵素化可製造。



(1)　　(2)

作爲前述鹵素化使用之鹵原子，即一般式（2）中 X 之鹵原子係可舉例如氟、氯、溴、碘等，溴（Br）、碘（I）爲佳。

一般式（1）及（2）中，R_1 及 R_2 係各自獨立之，取代或不取代之碳數 1～50 之烷基、取代或不取代之碳數 5～50 之芳基、取代或不取代之碳數 7～50 芳烷基、取代或不取代之碳數 3～50 之環烷基、取代或不取代之碳數 1～50 之烷氧基、取代或不取代之碳數 5～50 之芳氧基、鹵原子、氰基或甲矽烷基。

作爲前述 R_1 及 R_2 之烷基之例係可舉例如甲基、乙基、丙基、異丙基、正丁基、第二丁基、異丁基、第三丁基

、正戊基、正己基、正庚基、正辛基、羥甲基、1－羥乙基、2－羥乙基、2－羥異丁基、1,2－二羥乙基、1,3－二羥異丙基、2,3－二羥基－第三丁基、1,2,3－三羥丙基、氯甲基、1－氯乙基、2－氯乙基、2－氯異丁基，1,2－二氯乙基、1,3－二氯異丙基、2,3－二氯－第三丁基、1,2,3－三氯丙基、溴甲基、1－溴乙基、2－溴乙基、2－溴異丁基、1,2－二溴乙基、1,3－二溴異丙基、2,3－二溴－第三丁基、1,2,3－三溴丙基、碘甲基、1－碘乙基、2－碘乙基、2－碘異丁基、1,2－二碘乙基、1,3－二碘異丙基、2,3－二碘－第三丁基、1,2,3－三碘丙基、胺甲基、1－胺乙基、2－胺乙基、2－胺異丁基、1,2－二胺乙基，1,3－二胺異丙基、2,3－二胺－第三丁基、1,2,3－三胺丙基、氰基甲基、1－二氰基乙基、2－氰基乙基、2－氰基異丁基、1,2－二氰基乙基、1,3－二氰基異丙基、2,3－二氰基－第三丁基、1,2,3－三氰基丙基、硝基甲基、1－硝基乙基、2－硝乙基、2－硝異丁基、1,2－二硝基乙基、1,3－二硝基異丙基、2,3－二硝基－第三丁基、1,2,3－三硝基丙基、環丙基、環丁基、環戊基、環己基、4－甲基環己基、1－金鋼烷基、2－金鋼烷基、1－原冰片烷基、2－原冰片烷基、取代或不取代之碳數1～10之全氟烷基等。

作爲該 R_1 及 R_2 之芳基之例係可舉例如苯基、1－萘基、1－萘基、2－萘基、1－蒽基、2－蒽基、9－蒽基、1－菲基、2－菲基、3－菲基、4－菲基、9－菲基、1－丁省基、2－丁省基、9－丁省基、1－芘基、2－芘基、4－

茚基、2－聯苯基、3－聯苯基、4－聯苯基、P－聯三苯－4－基、P－聯三苯－3－基、P－聯三苯－2－基、m－聯三苯－4－基、m－對聯三苯－3－基、m－聯三苯－2－基、o－甲苯基、m－甲苯基、P－甲苯基、P－第三丁基苯基、P－（2－苯基丙基）苯基、3－甲基－2－萘基、4－甲基－1－萘基、4－甲基－1－蒽基、4'－甲基聯苯基、4''－第三丁基－P－聯苯基－4－基等。

作爲該 R_1 及 R_2 之芳烷基之例係可舉例如苄基、1－苯基乙基、2－苯基乙基、1－苯基異丙基、2－苯基異丙基、苯基－第三丁基、α－萘基甲基、1－α－萘基乙基、2－α－萘基乙基、1－α－萘基異丙基、2－α－萘基異丙基、β－萘基甲基、1－β－萘基乙基、2－β－萘基乙基、1－β－萘基異丙基、2－β－萘基異丙基、1－吡咯基基甲基、2－（1－吡咯基）乙基、p－甲基苄基、m－甲基苄基、o－甲基苄基、p－氯苄基、m－氯苄基、o－氯苄基、p－溴苄基、m－溴苄基、o－溴苄基、p－碘苄基、m－碘苄基、o－碘苄基、p－羥苄基、m－羥苄基、o－羥苄基、p－胺苄基、m－胺基苄基、o－胺基苄基、p－硝基苄基、m－硝基苄基、o－硝基苄基、p－氰基苄基、m－氰基苄基、o－氰基苄基、1－羥基－2－苯基異丙基、1－氯－2－苯基異丙基等。

作爲該 R_1 及 R_2 之環烷基之例係可舉例如環丙基、環丁基、環戊基、環己基等。

作爲該 R_1 及 R_2 之烷氧基之例係可舉例如甲氧基、乙

氧基、丙氧基、異丙氧基、丁氧基、異丁氧基、第二丁氧基、第三丁氧基、各種戊氧基、各種己氧基等。

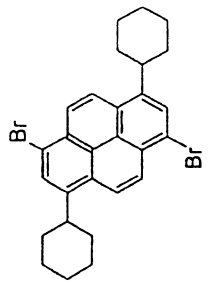
作爲具有該 R_1 及 R_2 之取代基爲佳之芳氧基係可舉例如苯氧基、甲苯氧基、萘氧基等。

作爲該 R_1 及 R_2 之鹵原子之例係可舉例如氟、氯、溴、碘等。

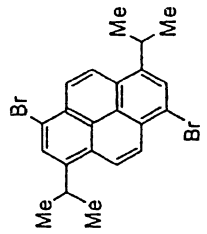
作爲此等 R_1 及 R_2 所示之各基之取代基係可舉例爲碳數 1～6 之烷基、碳數 3～6 之環烷基、碳數 1～6 之烷氧基、碳數 5～18 之芳氧基、碳數 7～18 之芳烷氧基、碳數 5～16 之芳胺基、硝基、氰基、碳數 1～6 之酯、鹵原子等。

本發明中一般式（2）所示之 3,8－二鹵素化－1,6－取代芘之具體例如以下所示，但並不特別限定於此等例示化合物。

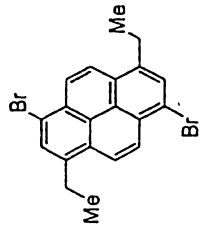
(8)



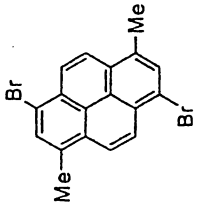
(4)



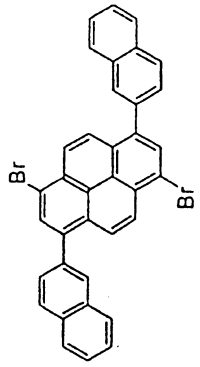
(3)



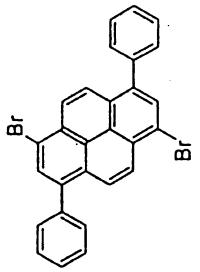
(2)



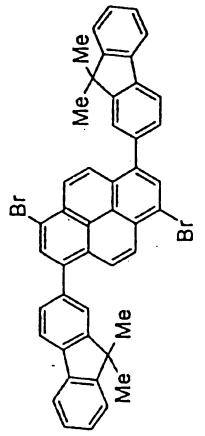
(1)



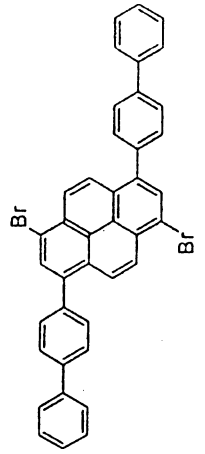
(7)



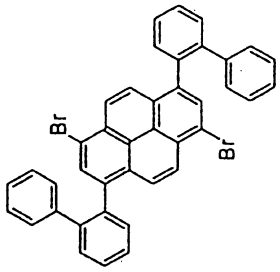
(6)



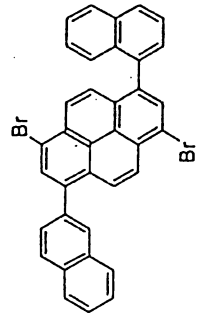
(5)



(10)

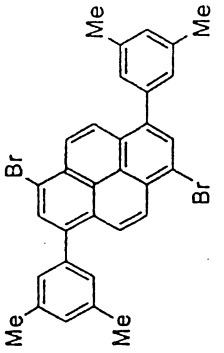


(9)

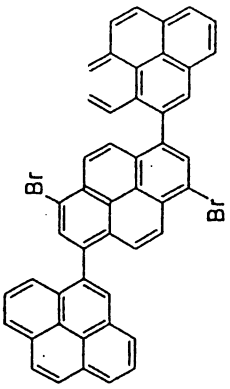


(8)

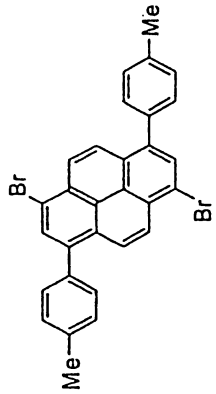
(9)



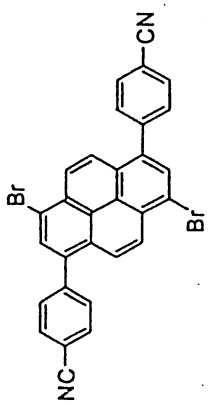
(13)



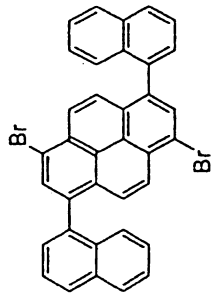
(15)



(12)



(14)



(11)

該一般式（1）所示之1,6－取代芘之製造方法，並不特別限定以公知的方法製造爲佳，例如，可由1,6－二溴芘〔Journal of Chemical Society Perkin、1622（1972）等衍生。

作爲一般式（1）所示之1,6－取代芘之鹵素化使用之試藥，例如，可舉出鹵素化使用之鹵原子爲溴時，例如溴

、NBS（N－溴丁二醯胺）、KBr、$KBrO_3$、$AlBr_3$、PBr_3、$SbBr_3$、$FeBr_2$、$PyHBrCl_2$、Bu_4NBr_3 等，最佳爲溴、NBS。

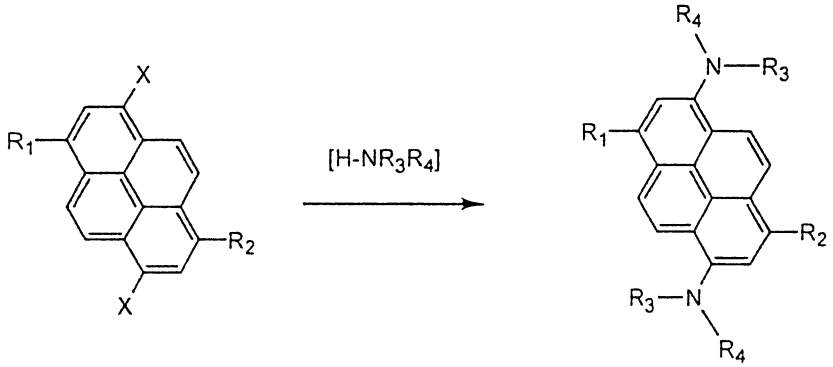
鹵素化使用之鹵素原子爲溴以外時，此等例中，可舉出將溴取代爲該鹵素原子者。

又，鹵素化係於四氯化碳、三氯甲烷、氯化甲撐、乙酸、吡啶、二甲基甲醯胺（DMF）等之有機溶媒與硫酸中下進行爲佳。

又，於反應系中可添加過氧化苯并基（BPO）、2,2'－偶氮二異丁腈（AIBN），m－氯過甲苯酸（mCPBA）等之過氧化物與重金屬鹽，亦可進行光照射。

鹵素化時之反應溫度，一般爲室溫～150℃，室溫～100℃爲佳，反應時間，一般爲 1～12 小時，6～18 小時爲佳。

本發明之 3,8－二鹵素化－1,6－取代芘係可製造例如經由 $H-NR_3R_4$ 所示之化合物胺化作爲電子照相感光體之電荷輸送材料、有機電致發光元件用材料、有機電致發光元件用之電洞輸送材料與發光材料等之有用的下述一般式（3）所示之二胺芘衍生物。



(2)　　(3)

(11)

一般式（2）及（3）中 R_1 及 R_2 係各自獨立之且與前述相同。

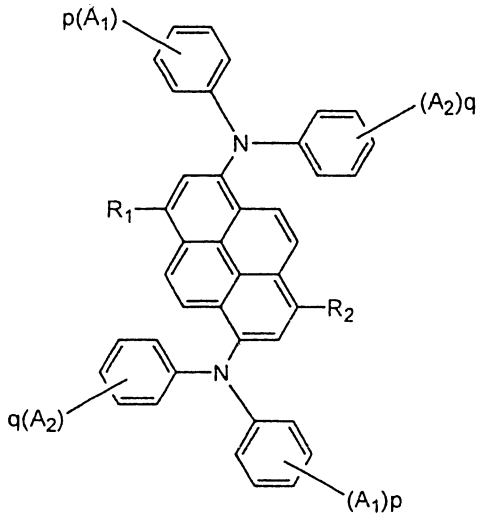
又，一般式（1）中，X 係與前述相同。

一般式（3）中 R_3 及 R_4 係各自獨立之且爲取代或不取代之碳數 5～50 之芳基，或取代或不取代之碳數 1～20 之烷基，取代或不取代之芳基爲佳。

該 R_3 及 R_4 之芳基之例係可舉出與該 R_1 及 R_2 相同者。

該 R_3 及 R_4 之烷基之例係可舉出與該 R_1 及 R_2 相同者。

該一般式（3）係下述一般式（4）所示之二胺芘衍生物爲佳。



(4)

一般式（4）中 R_1 及 R_2 係各自獨立之且與前述相同。

一般式（4）中，A_1 及 A_2 係各自獨立之且爲氫原子、取代或不取代之碳數 1～10 之烷基、取代或不取代之碳

數 5～50 之芳基、取代或不取代之碳數 7～50 之芳烷基、取代或不取代之碳數 3～20 之環烷基、取代或不取代之碳數 1～10 之烷氧基、取代或不取代之碳數 5～50 之芳氧基、取代或不取代之碳數 5～50 之芳胺基、取代或不取代之碳數 1～10 之烷胺基或鹵原子。

此等各基之具體例係可舉例如該記 R_1 及 R_2 舉出中碳數爲適合。

一般式（4）中 p 及 q 係各自爲 1～5 之整數，p、q 爲 2 以上時，複數之 A_1、A_2 係可各自相同或相異，亦可互相連結形成飽和或不飽和之環。

【實施方式】

以下，使用實施例更進一步詳細說明本發明。

實施例 1（1,6－二異丙基－3,8－二溴芘）之合成

於附有氬氣流下冷卻管之 500mL 三口燒瓶中，加入二溴芘 20g（55.6mmol）、異丙基鎂溴 117mL〔117mmol、1mol/L（THF：四氫化呋喃）〕、（二苯基膦二茂鐵）鈀（II）二氯化物 2.27g（5mol%）、乾燥二錯噁烷 130mL 後，以 90℃ 加熱 8 小時。

反應結束後，加入稀鹽酸 100mL，將有機層分離、減壓濃縮後，經由矽膠短柱，減壓濃縮、濾取析出之結晶，製得 1,6－二異丙基芘（淡黃色粉末）7.4g（產率 31%）。

接者，於附有氬氣流下冷卻管之 1L 茄型燒瓶中，加入該 1,6－二異丙基芘 7.4g（25.9mmol）、N－溴丁二醯

胺 11g（62.1mmol）、乾燥 DMF（二甲基甲醯胺）250mL 後，以 50℃加熱攪拌 4 小時。

反應結束後，加入水 250mL 後，濾取結晶，以水 50mL、甲醇 100mL 洗淨，製得淡黃色粉末 3.2g。

此者係經由 ^{1}H－NMR 光譜（參照圖 1）及 FD－MS（場致退吸質譜）之測定，確認 1,6－二異丙基－3,8－二溴芘。

實施例 2（1,6－環己基－3,8－二溴芘）之合成

於附有氬氣流下冷卻管之 500mL 三口燒瓶中，加入 1,6－二溴芘 20g（55.6mmol）、環己基鎂溴 117mL〔117mmol、1mol/L（THF）〕、、（二苯基二茂鐵）鈀（II）二氯化物 2.27g（5mol%）、乾燥二錯噁烷 80mL、乾燥 THF70mL 後，以 90℃加熱 8 小時。

反應結束後，加入稀鹽酸 100mL，將有機層分離、減壓濃縮後，經由矽膠短柱，減壓濃縮、濾取析出之結晶，製得 1,6－二環己基芘（淡黃色粉末）7.0g（產率 71%）。

接者，於附有氬氣流下冷卻管之 1L 茄型燒瓶中，加入該 1,6－二環己基芘 10.4g（28.4mmol）、N－溴丁二醯胺 12.1g（68.2mmol）、乾燥 DMF300mL 後，以 50℃加熱攪拌 7 小時。

反應結束後，加入水 300mL 後，濾取結晶，以水 50mL、甲醇 100mL 洗淨，製得淡黃色粉末 6.2g（產率 42

%）。

此者係經由 ^{1}H－NMR 光譜（參照圖 2）及 FD－MS 之測定，確認 1,6－二環己基－3,8－二溴芘。

實施例 3〔1,6－二（2－萘基）－3,8－二溴芘〕之合成

於附有氬氣流下冷卻管之 200mL 三口燒瓶中，加入 1,6－二溴芘 10.3g（28.6mmol）、2－萘基硼酸 11.8g（68.7mmol）、（四－三苯基膦）鈀（0）0.66g（2mol%）、碳酸鈉水溶液 43mL（59.4mmol、2M）、DEM100 mL、乾燥 THF70mL 後，以 90℃ 加熱 8 小時。

反應結束後，加入水 50mL，濾取結晶，以水 50mL、乙醇 100ML 洗靜，製得 1,6－二（2－萘基）芘（淡黃色粉末）13.2g（產率 99%）。

接者，於附有氬氣流下冷卻管之 1L 燒瓶中，加入該 1,6－二（2－萘基）芘 13g（28.6mmol）、N－溴丁二醯胺 11.8g（68.7mmol）、乾燥 DMF450mL 後，以 50℃ 加熱攪拌 8 小時。

反應結束後，加入水 300mL 後，濾取結晶，以水 50mL、甲醇 100mL 洗淨，製得淡黃色粉末 7.0g。（產率 44%）。

此者係經由 ^{1}H－NMR 光譜（參照圖 3）及 FD－MS 之測定，確認 1,6－二（2－萘基）－3,8－二溴芘。

(15)

實施例 4〔1，6－二（2－聯苯基）－3，8－二溴芘〕之合成

於附有氬氣流下冷卻管之 200mL 三口燒瓶中，加入 1,6－二溴芘 9.7g（27.0mmol）、2－聯苯基硼酸 12.8g（64.8mmol）、（四－三苯基膦）鈀（0）1.25g（4mol%）、碳酸鈉水溶液 61mL（122mmol、2M）、DME（二甲氧基乙烷）120 mL，以 90℃ 加熱 8 小時。

反應結束後，加入水 50mL，濾取結晶，以水 50ML、乙醇 100mL 洗靜，製得 1,6－二（2－聯苯基）芘（白色粉末）13.3g（產率 97%）。

接者，於附有氬氣流下冷卻管之茄型 1L 燒瓶中，加入該 1,6－二（2－聯苯基）芘 13.2g（26.1mmol）、N－溴丁二醯胺 9.8g（55mmol）、乾燥 DMF550mL 後，以 50℃ 加熱攪拌 8 小時。反應結束後，加入水 300mL 後，濾取結晶，以水 50mL、甲醇 100mL 洗淨，製得淡黃色粉末 10.5g。（產率 61%）。

此者係經由 ^{1}H－NMR 光譜（參照圖 4）及 FD－MS 之測定，確認 1,6－二（2－聯苯基）－3,8－二溴芘。

實施例 5〔1,6－二（4－氰基苯基）－3,8－二溴芘〕之合成

於附有氬氣流下冷卻管之 200mL 三口燒瓶中，加入 1,6－二溴芘 7.1g（19.8mmol）、4－氰基苯基硼酸 7.0g（47.5mmol）、（四－三苯基膦）鈀（0）0.46g（2mol%）

、碳酸鈉水溶液 30mL（59.4mmol、2M）、DME60mL、乾燥 THF70mL 後，以 90℃ 加熱 8 小時。

反應結束後，加入水 50mL，濾取結晶，以水 50mL、乙醇 100mL 洗靜，製得淡黃色粉末 7.8g（產率 98%）。

接者，於附有氬氣流下冷卻管之 1L 茄型燒瓶中，加入該 1,6－二（4－氰基苯基）芘 12.8g（31.7mmol）、N－溴丁二醯胺 13.5g（76mmol）、乾燥 DMF450mL 後，以 50℃ 加熱攪拌 8 小時。

反應結束後，加入水 300mL 後，濾取結晶，以水 50mL、甲醇 100mL 洗淨，製得淡黃色粉末 16.3g。（產率 41%）。

此者係經由 1H－NMR 光譜（參照圖 5）及 FD－MS 之測定，確認 1,6－二（4－氰基苯基）－3,8－二溴芘。

參考例

（1）二胺芘衍生物之製造

於附有氬氣流下冷卻管之 300mL 三口燒瓶中，加入 1,6－二異丙基－3,8－二溴芘 3.0g（6.7mmol），m,m'－二甲苯胺 3.2g（16.2mmol）、乙酸鈀 0.02g（1.5mol%）、三－t－丁基膦 0.04g（3mol%）、鈉－t－丁氧基 1.6g（16.6mmol）、乾燥甲苯 75mL 後，以 110℃ 加熱 8 小時。

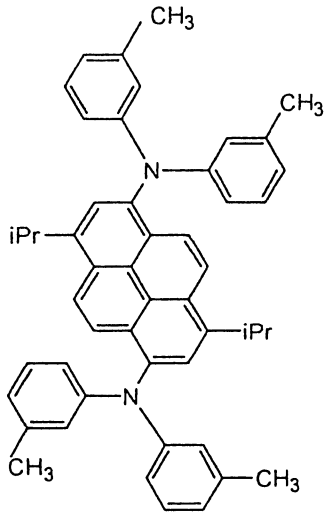
反應結束後，經由矽膠短柱，減壓濃縮後，濾取析出之結晶，以甲苯 50mL、甲醇 100mL 洗靜，製得淡黃色粉

(17)

末 4.5g。

此者係經由 ^{1}H－NMR 光譜（參照圖 6）及 FD－MS 之測定，確認下述化合物（5）（產率 98%）。

其化合物之最大波長係 429nm、最大螢光波長係 463nm（甲苯溶液）。



(5)

（2）有機 EL 元件之製作

於 25×75×1.1mm 規格之玻璃基片上，設置膜厚 130nm 之氧化銦錫製作之透明電極。

將其玻璃基板以異丙醇超音波洗淨，照射紫外線及臭氧以洗淨。

接者，將含有透明電極之玻璃基板，安裝於真空蒸鍍裝置之蒸鍍槽內之基片夾同時，將真空槽內之真空度減壓至 1×10^{-3}Pa 後，於以下之蒸鍍條件下，於陽極層上依序積合電洞注入層、電洞輸送層、發光層、電子輸送層、電子注入層及陰極層，製作有機 EL 元件。

(18)

電洞注入層：作爲材係 N',N''－雙〔4－（二苯基胺）苯基〕－N',N''－二苯基聯苯基－4,4'－二胺；蒸鍍條件 2nm/sec；膜厚 20nm

電洞輸送層：作爲材料係 N,N,N',N'－四（4－聯苯基）4,4'－聯苯胺；蒸鍍條件 2nm/sec；膜厚 20nm

發光層；作爲發光材料係可使用 10－（4－萘－1－基）苯基）－9－（萘－3－基）蒽（H－1），作爲摻雜材料係使用該化合物（5），將（H－1）於蒸鍍條件 2nm/sec 下與化合物（5） 於蒸鍍條件 0.2nm/sec 下同時蒸鍍（化合物（H－1）與化合物（5）爲 40：2（重量芘））；膜厚 40nm

電子輸送層：作爲材料係甲苯基（8－羥基喹啉并）鋁；蒸鍍條件 2nm/sec；sec；膜厚 20nm

電子注入層；作爲材料係氟化鋰；蒸鍍條件 0.1nm/sec；膜厚 1nm

陰極層：作爲材料係鋁；蒸鍍條件 2nm/sec；膜厚 200nm

（3）有機 EL 元件之評價

對於（2）製得之元件，進行通電試驗時，確認電流密度爲 10mA/Cm2、電壓 7.3V 之發光亮度爲 827cd/m^2，發光色爲藍色（發光主波長：469nm）。

又，作爲初期發光亮度爲 2000cd/m^2 以固定電流驅動時，亮度減半時間爲 3000 小時以上。

產業上之利用可能性

依據本發明，可有效製造染料等之中間體，特別是電子照相感光體之電荷輸送材料、有機電致發光元件用材料及有機電致發光元件用之電洞輸送材料與發光材料之中間體爲有用的3,8－二鹵素化－1,6－取代芘。

【圖式簡單說明】

圖1係實施例1製得之化合物的^{1}H－NMR光譜。

圖2係實施例2製得之化合物的^{1}H－NMR光譜。

圖3係實施例3製得之化合物的^{1}H－NMR光譜。

圖4係實施例4製得之化合物的^{1}H－NMR光譜。

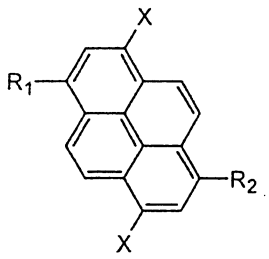
圖5係實施例5製得之化合物的^{1}H－NMR光譜。

圖6係參考例製得之化合物的^{1}H－NMR光譜。

五、中文發明摘要

發明之名稱：3,8－二鹵素化－1,6－取代芘及其製造方法

本發明係關於下述一般式（2）所示之一種 3,8－二鹵素化－1,6－取代芘，其特徵爲作爲染料等之中間體，特別是作爲電子照相感光體之電荷輸送材料、有機電致發光元件用材料及有機電致發光元件用之電洞輸送材料與發光材料之中間體爲有用者。



(2)

（式中，R_1 及 R_2 係各自獨立之、取代或不取代之碳數 1～50 之烷基、取代或不取代之碳數 5～50 之芳基、取代或不取代之碳數 7～50 之芳烷基、取代或不取代之碳數 3～50 之環烷基、取代或不取代之碳數 1～50 之烷氧基、取代或不取代之碳數 5～50 芳氧基、鹵原子、氰基或甲矽烷基，X 係鹵原子）。

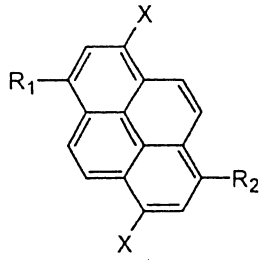
六、英文發明摘要

發明之名稱：

(1)

十、申請專利範圍

1.一種 3,8－二鹵素化－1,6－取代芘，其特徵爲下述一般式（2）



(2)

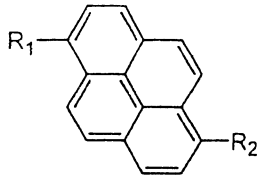
（式中，R_1 及 R_2 係各自獨立之、取代或不取代之碳數 1～50 之烷基、取代或不取代之碳數 5～50 之芳基、取代或不取代之碳數 7～50 之芳烷基、取代或不取代之碳數 3～50 之環烷基、取代或不取代之碳數 1～50 之烷氧基、取代或不取代之碳數 5～50 芳氧基、鹵原子、氰基或甲矽烷基，X 係鹵原子）所示。

2.如申請專利範圍第 1 項之 3,8－二鹵素化－1,6－取代芘，其中 R_1 及 R_2 爲選自取代或不取代之碳數 1～50 之烷基、取代或不取代之碳數 5～50 之芳基、取代或不取代基之碳數 7～50 之芳烷基、取代或不取代之碳數 3～50 之環烷基。

3.如申請專利範圍第 1 項之 3,8－二鹵素化－1,6－取代芘，其中 X 爲溴原子。

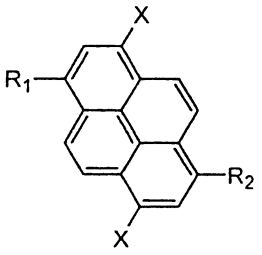
4.一種下述式（2）所示之 3,8－二鹵素化－1,6－取代芘之製造方法，其特徵爲將下述一般式（1）

(2)



(1)

（式中，R_1 及 R_2 係各自獨立之，取代或不取代之碳數 1～50 之烷基、取代或不取代之碳數 5～50 之芳基、取代或不取代之碳數 7～50 之芳烷基、取代或不取代之碳數 3～50 之環烷基、取代或不取代之碳數 1～50 之烷氧基、取代或不取代之碳數 5～50 之芳氧基、鹵原子、氰基或甲矽烷基）所示之 1,6－取代芘鹵素化所得者



(2)

（式中，X 係鹵原子，R_1 及 R_2 係與前述相同）。

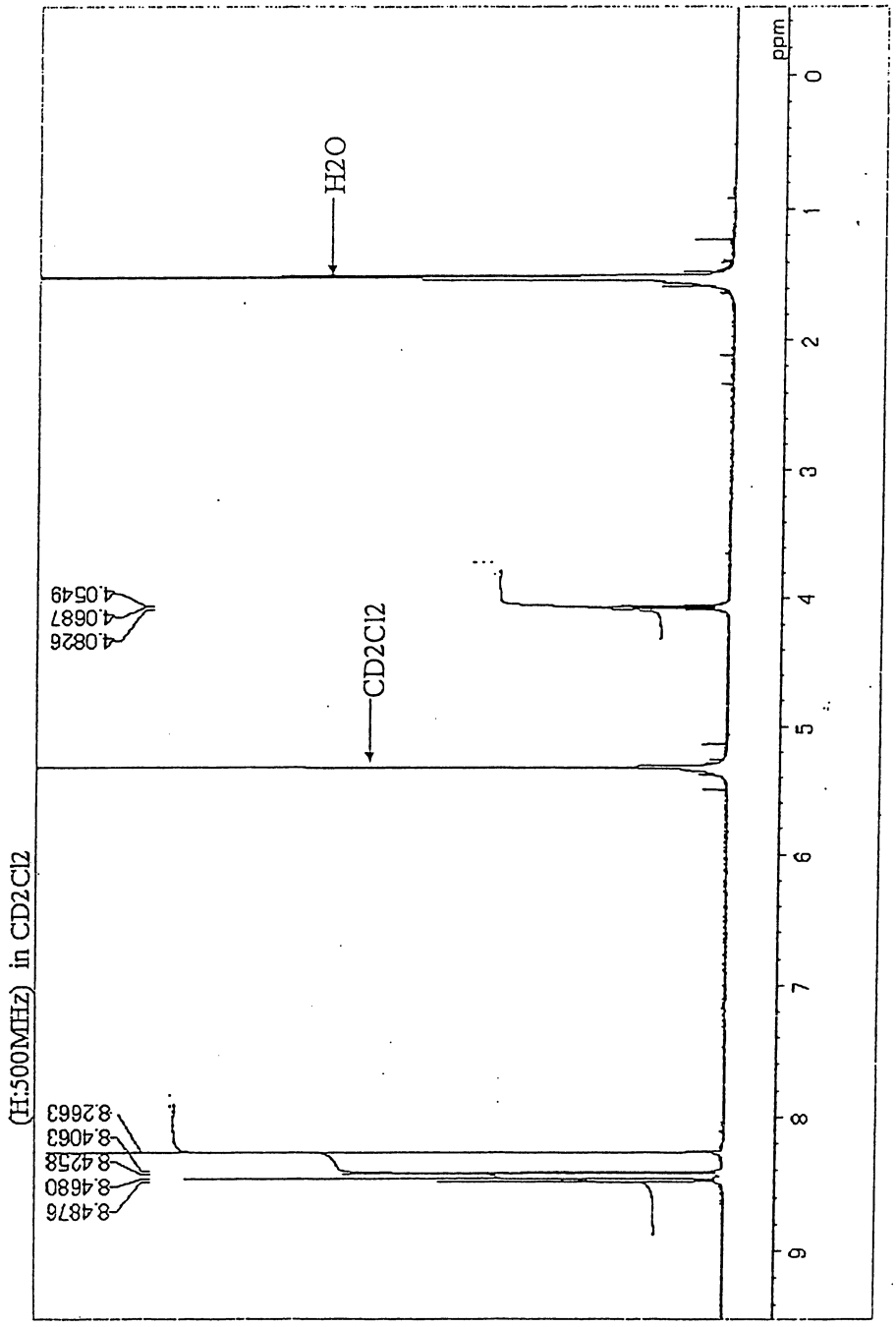
5.如申請專利範圍第 4 項之 3,8－二鹵素化－1,6－取代芘之製造方法，其中 R_1 及 R_2 爲選自取代或不取代之碳數 1～50 之烷基、取代或不取代之碳數 5～50 之芳基、取代或不取代之碳數 7～50 之芳烷基、取代或不取代之碳數 3～50 之環烷基。

6.如申請專利範圍第4項之3,8－二鹵素化－1,6－取代芘之製造方法，其中鹵素化劑爲N－溴丁二醯亞胺。

200536924

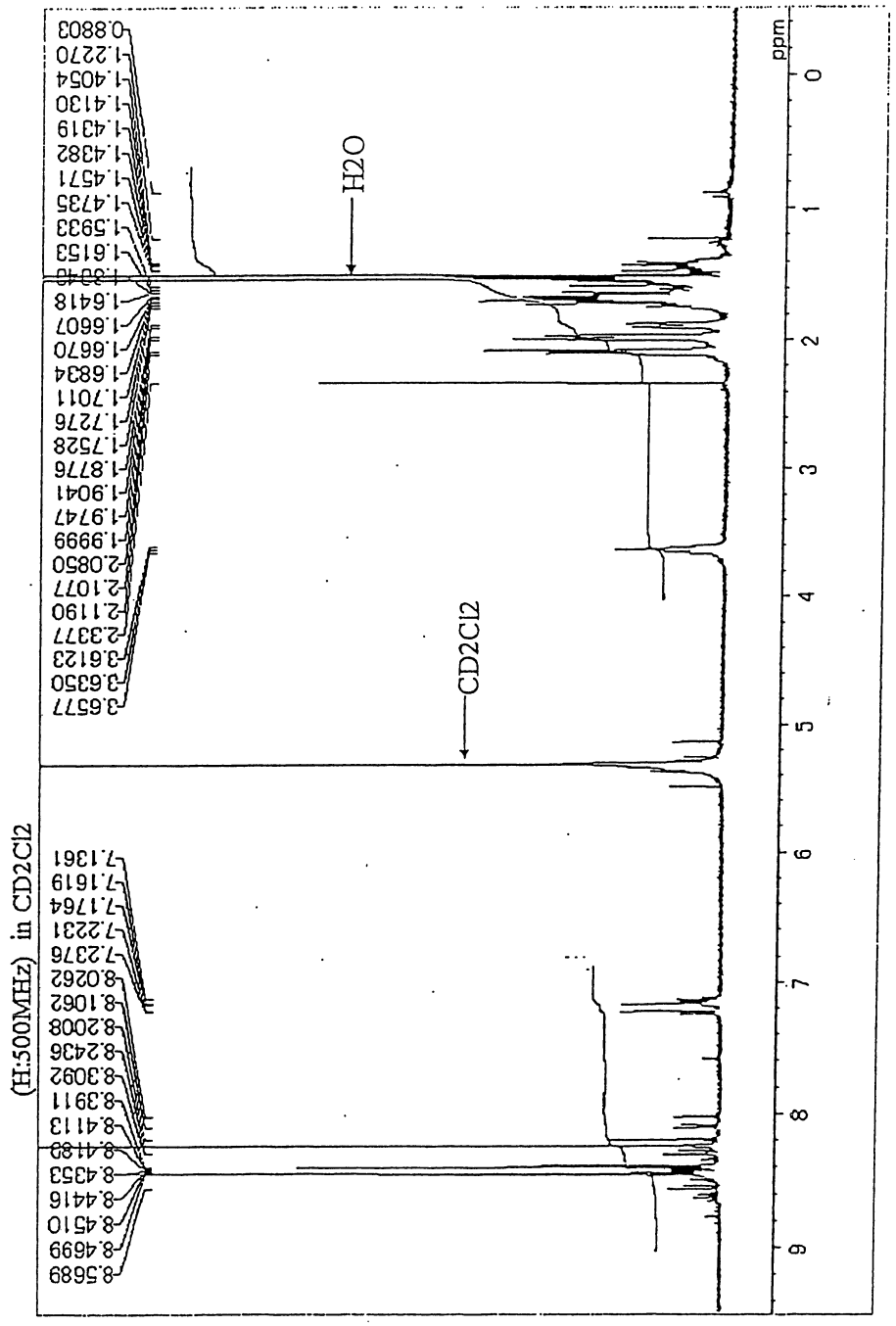
754429

圖1



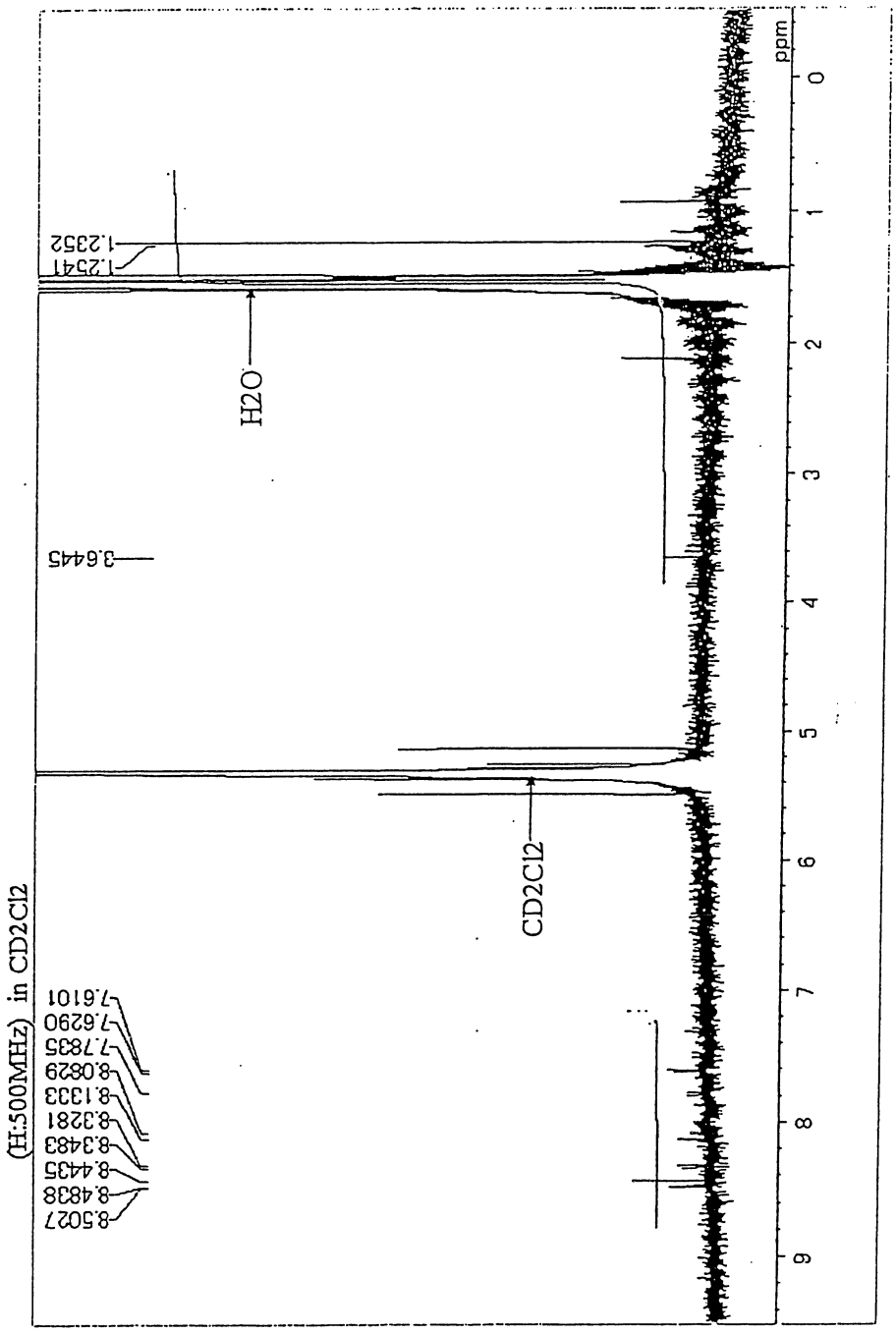
200536924

圖2



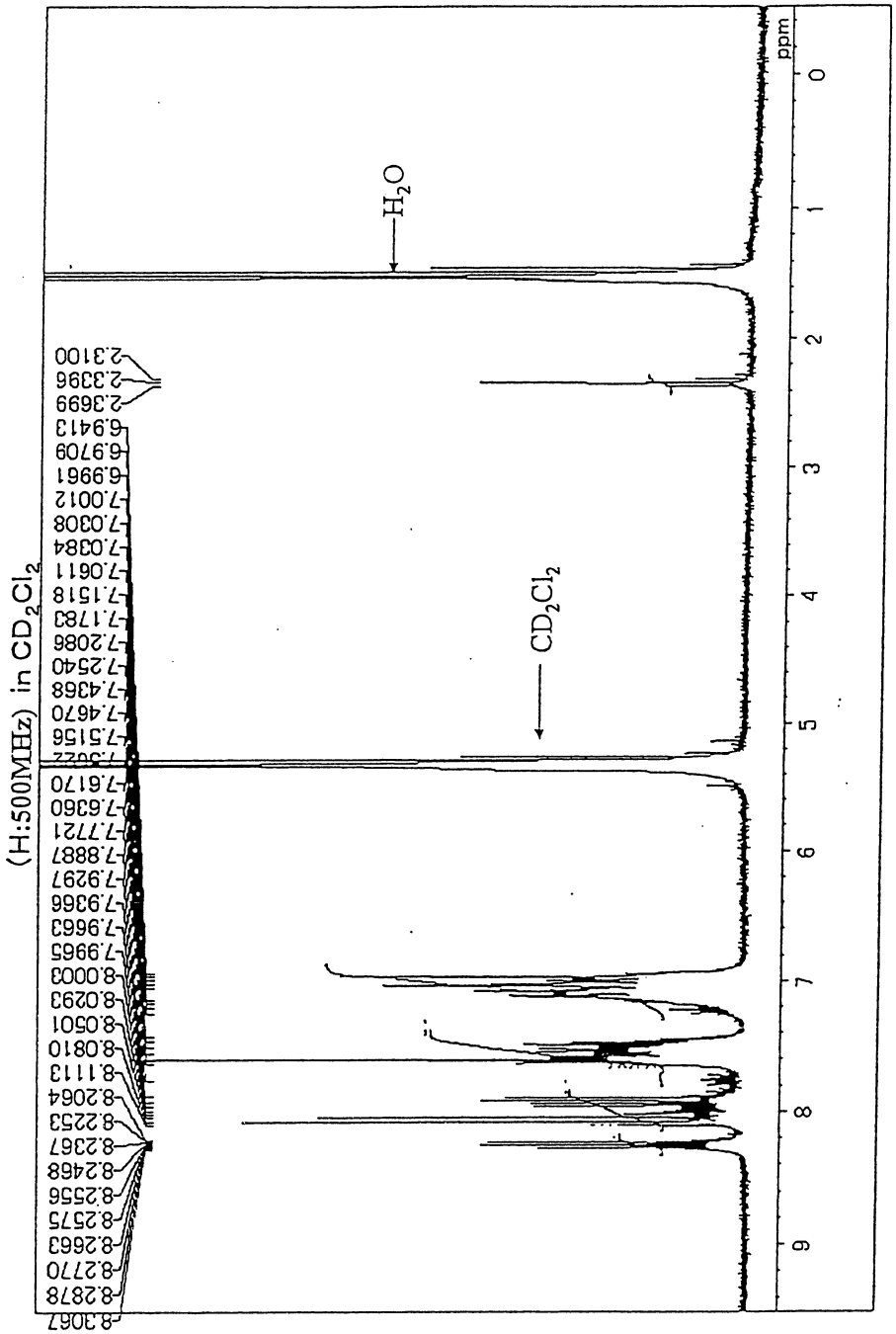
200536924

圖3



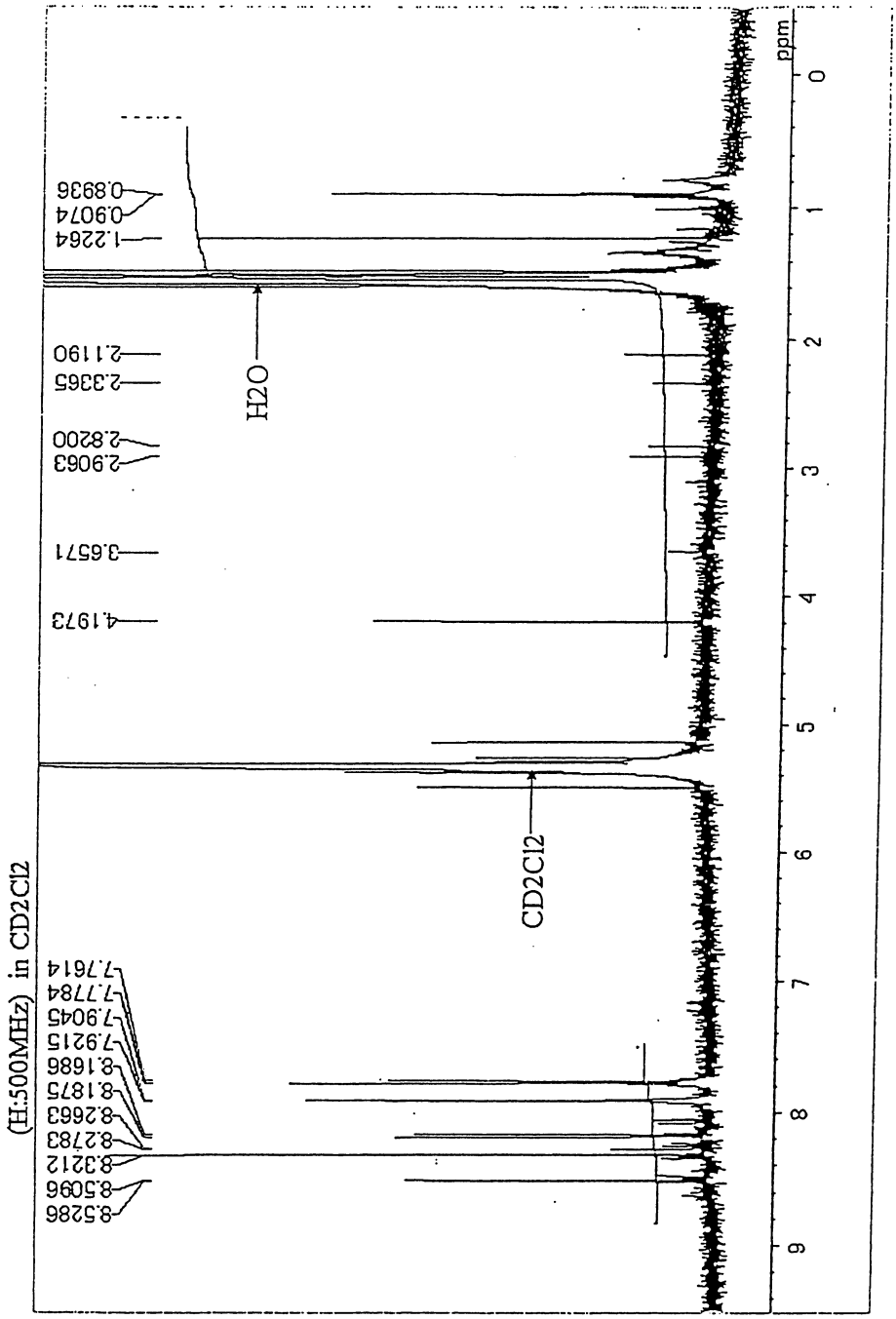
200536924

圖4



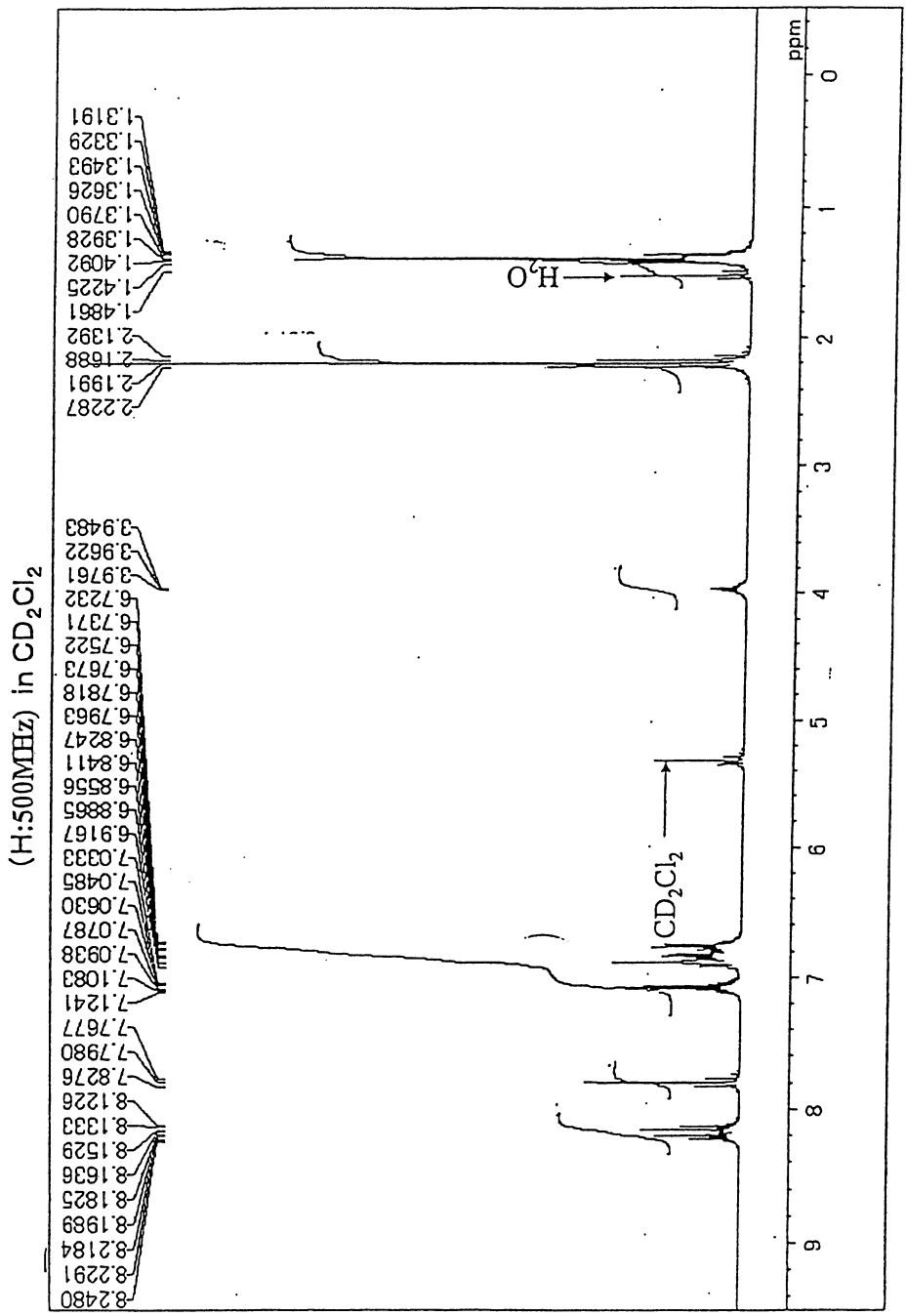
200536924

圖5



200536924

圖6

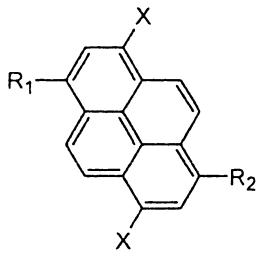


七、指定代表圖：

（一）、本案指定代表圖為：無

（二）、本代表圖之元件代表符號簡單說明：無

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：



(2)