

# Agilent 6230 Accurate-Mass LC/TOF システムによる有機 EL 素子の発光材料・ 電子輸送材料の分析



## 著者

林 明生

澤田 浩和

アジレント・テクノロジー  
株式会社

## 要旨

有機エレクトロルミネッセンス (EL) 素子は、消費電力の少なさによる環境負荷の小ささやコントラスト比の高さによる高画質な利点から、テレビやスマートフォンなどに使用されることが増えてきています。有機 EL 材料にはイリジウムなどのレアメタルが使用されてきましたが、近年では金属元素を使用しない化合物も開発されており、より発光効率の高い化合物の研究が進んでいます。本アプリケーションノートでは、ウェブ上に公開されている有機 EL 材料の化合物カタログから Personal Compound Database and Library (PCDL) を構築しました。PCDL は精密質量と構造式を含む化合物データベースで、組成式に基づくスクリーニングだけでなく構造推定を行う際の構造リソースとしても利用可能です。本アプリケーションノートでは実試料として有機 EL のサンプルデバイスから有機溶媒による抽出を行い、スクリーニングを行った結果について紹介します。

## 分析条件

### システム

Agilent Infinity II UHPLC System  
 G7104C 1260 PrimeLC ポンプ  
 G7167A 1260 マルチサンプラー  
 G7116B 1290 カラム恒温槽  
 G6230B TOF-MS 検出器

### 分析条件

UHPLC 分析条件を表 1 に示します。酢酸アンモニウム、アセトニトリル、2-プロパノールは 富士フィルム和光純薬社 (すべて LC/MS グレード) より購入しました。また、有機 EL サンプルの抽出に使用したテトラヒドロフランは富士フィルム和光純薬社 (HPLC グレード、安定剤不含) より購入しました。また、MS の分析条件については表 2 に示します。

表 1. UHPLC 分析条件

移動相 A	10 mM 酢酸アンモニウム
移動相 B	アセトニトリル
流速	0.4 mL/min
Gradient t (min)	0 15 20
%B	40 95 95
カラム温度	40 °C
注入量	5 µL
カラム	Agilent Poroshell 120 PhenylHexyl, 2.1×100 mm, 1.9 µm (PN : 695675-912)
ニードル洗浄	アセトニトリル : 2-プロパノール = 1 : 1

表 2. MS 分析条件

イオン源	Dual AJS ESI
極性	Positive, Negative
乾燥ガス	320 °C, 10 L/min
シースガス	350 °C, 12 L/min
ネブライザー圧力	40 psi
キャピラリー電圧	3500 V
ノズル電圧	1000 V
フラグメンター電圧	130 V
マスレンジ	40-1700
採取速度	3 spectra/sec
リファレンスイオン	121.050873, 922.009798 (positive) 112.985587, 980.016375 (negative)

## サンプル

有機 EL の試料として、株式会社マップエレクトロニクスよりサンプル品を提供していただき、表面のガラス層を剥離させた後にテトラヒドロフラン 20 mL に剥離面を浸すことで抽出を行いました。抽出物は褐色ガラスバイアル (PN : 5183-2072) に移し、分析に用いました。

## PCDL

ウェブ上から入手できる情報を基に有機 EL 材料に特化した PCDL 化合物データベース (図 1 参照) を作成しました。化合物の情報は下記のサイトから入手しました。

<https://www.tcichemicals.com/JP/ja/c/12798>

<https://www.lumtec.com.tw/index.php>

データベースに登録された化合物の数は 545 となり、カタログ番号の他に IUPAC 名も記述されています。

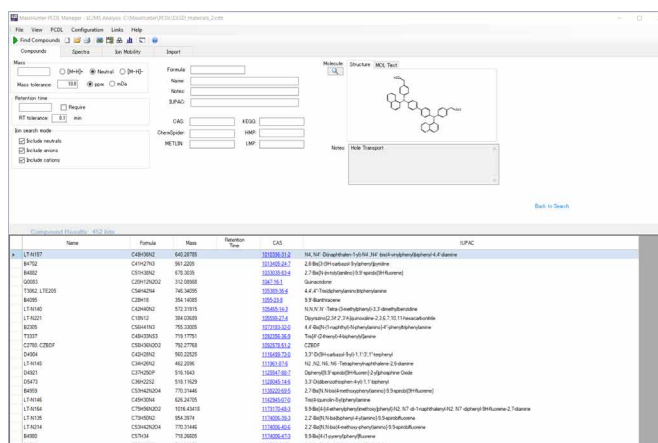


図 1. 有機 EL 材料の PCDL

## 結果

### 有機 EL デバイス抽出物におけるスクリーニング結果

前述のシステム、分析条件を用いて有機 EL 抽出物サンプルを分析した結果を示します。図 2 にスクリーニングにより検出された化合物の抽出イオンクロマトグラム、MS スペクトルを图示します。

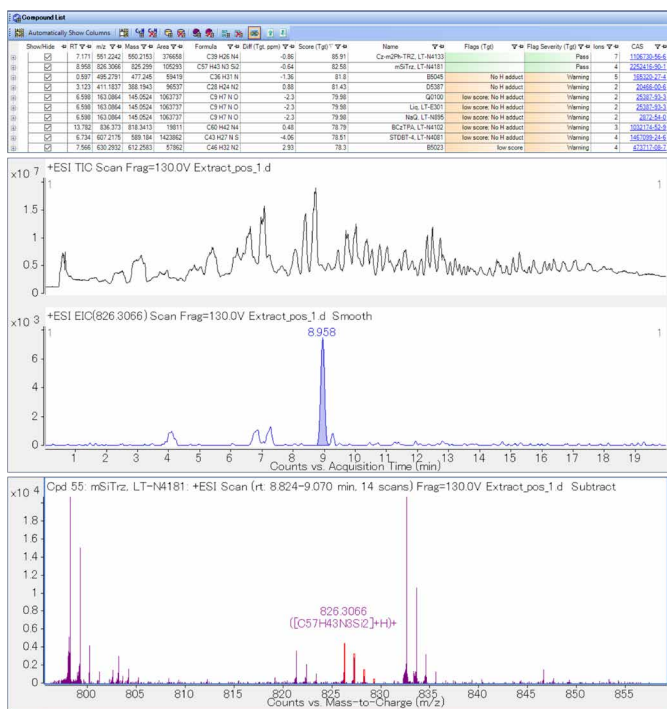


図 2. Find Compounds by Formula 機能により検出された化合物の一例

MassHunter ソフトウェアには、Find Compounds by Formula 機能が搭載されています。これはユーザーが提示した化合物の組成式情報を基に、精密質量による抽出イオンクロマトグラムと同位体イオンスペクトルをデータファイル中から逆引きする機能です。この機能はデータベースに登録された化合物全てに対して一括して実行することも可能で、データベースに RT 情報が含まれていればさらに偽陽性の少ない結果が得られます。今回作成したデータベースは標準品による RT 情報を含んでいませんが、最初のステップとしてスクリーニングを行い、検出された化合物について標準物質を購入して精査する用途には有効です。有機 EL のサンプルデバイスから抽出した実試料に対してスクリーニングを行った結果、C57H43N3Si2 の組成式をもつ、mSiTrz (IUPAC 名：2-Phenyl-4,6-bis(3-(triphenylsilyl)phenyl)-1,3,5-triazine) が検出されました。質量精度は -0.64 ppm と高く、同位体イオンの相対強度も良く一致していることが図 2 よりわかります。C57H43N3Si2 の組成式をもつ化合物が他にも存在しないか Web 上のデータベースである PubChem で検索したところ、2-Phenyl-4,6-bis(3-(triphenylsilyl)phenyl)-1,3,5-triazine の他に 1 化合物しか登録がないことがわかりました。(図 3. 参照。mSiTrz は Compound CID : 155622091)

また、他に検出された化合物として Cz-m2Ph-TRZ (IUPAC名：9-(3'-(4,6-diphenyl-1,3,5-triazin-2-yl)biphenyl-3-yl)-9H-carbazole、組成式：C39H26N4) が挙げられました。

SEARCH FOR  
C57H43N3Si2

Treating this as a molecular formula query. Search for **C57H43N3Si2** as text instead.

Molecular Formula Search

Allow elements other than specified?

2 results  SORT BY

**CS-0145560; 2-Phenyl-4,6-Bis(3-(Triphenylsilyl)Phenyl)-1,3,5-Triazine**  
Compound CID: 155622091  
MF: C<sub>57</sub>H<sub>43</sub>N<sub>3</sub>Si<sub>2</sub> MW: 826.1g/mol  
IUPAC Name: triphenyl-[3-[4-phenyl-6-(3-(triphenylsilyl)phenyl)-1,3,5-triazin-2-yl]phenyl]silane  
Isomeric SMILES: C1=CC=C(C=C1)C2=NC(=NC(=N2)C3=CC(=CC=C3)[Si](C4=CC=CC=C4)(C5=CC=CC=C5)C6=CC=CC=C6)C7=CC(=CC=C7)[Si](C8=CC=CC=C8)(C9=CC=CC=C9)C1=CC=CC=C1  
InChIKey: YZIDAMOKOLBRDB-UHFFFAOYSA-N  
InChI: InChI=1S/C57H43N3Si2/c1-8-24-44(26-9-1)55-58-56(45-26-22-40-53(42-45)61(47-28-10-2-11-29-47,48-30-12-3-13-31-48)49-32-14-4-15-33-49)60-57(59-55)46-27-23-41-54(43-46)62(50-34-16-5-17-35-50,51-36-18-6-19-37-51)52-38-20-7-21-39-52/h1-43H  
Create Date: 2021-02-21

**Compound CID: 162485340**  
MF: C<sub>57</sub>H<sub>43</sub>N<sub>3</sub>Si<sub>2</sub> MW: 826.1g/mol  
IUPAC Name: [3-(4,6-diphenyl-1,3,5-triazin-2-yl)-5-(triphenylsilyl)phenyl]-triphenylsilane  
Isomeric SMILES: C1=CC=C(C=C1)C2=NC(=NC(=N2)C3=CC(=CC=C3)[Si](C4=CC=CC=C4)(C5=CC=CC=C5)C6=CC=CC=C6)C7=CC(=CC=C7)[Si](C8=CC=CC=C8)(C9=CC=CC=C9)C1=CC=CC=C1  
InChIKey: BFPBCROPIFYH-N-UHFFFAOYSA-N  
InChI: InChI=1S/C57H43N3Si2/c1-9-25-44(26-10-1)55-58-56(45-27-11-2-12-28-45)60-57(59-55)46-41-53(61(47-29-13-3-14-30-47,48-31-15-4-16-32-48)49-33-17-5-18-34-49)43-54(42-46)62(50-35-19-6-20-36-50,51-37-21-7-22-38-51)52-39-23-8-24-40-52/h1-43H  
Create Date: 2022-02-06

図 3. C57H43N3Si2 の組成式をもつ構造

Cz-m2Ph-TRZ の検出結果については図 4 に示します。

質量精度は図 2 より -0.86 ppm と良好な値が求められましたが、この組成式を持つ構造は PubChem には 421 化合物存在することがわかり、構造異性体も多いため、吸収波長などの光学情報を定性に用いることが今後の課題だと示唆されました。

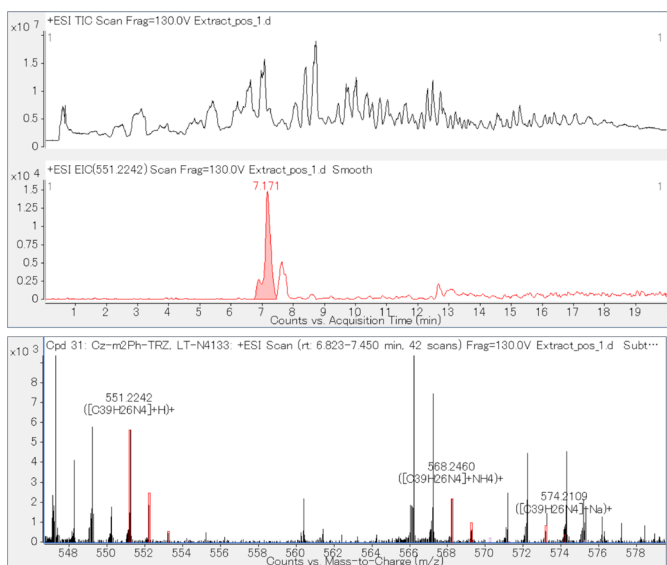


図 4. Cz-m2Ph-TRZ の検出結果

## まとめ

インターネット上から得られた構造情報を基にローカルファイルとして化合物データベースを構築することにより、有機 EL のサンプル品抽出液から mSiTrz の可能性が高いと考えられるシグナルを検出できました。この解析は、MassHunter 定性解析の基本機能である Find Compounds by Formula 機能による簡単な操作で実行できます。有機 EL 材料は開発競争の激しい分野ですが、このように公知の化合物情報を集めることにより、有機 EL 材料に特化したデータベースを利用した迅速な定性解析が可能となります。

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

[email\\_japan@agilent.com](mailto:email_japan@agilent.com)

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE26480115

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2023

Printed in Japan, January 17, 2023

5994-5680JAJP