

(19)대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) 。 Int. Cl.⁸ (11) 공개번호 10-2006-0001893
C09K 11/06 (2006.01) (43) 공개일자 2006년01월06일

(21) 출원번호 10-2005-0120308
(22) 출원일자 2005년12월09일

(71) 출원인 (주) 디오브이
서울 구로구 구로동 197-48 에이스테크노타워 3차 109

(72) 발명자 윤근천
서울 구로구 구로동 197-48 에이스3차 109호

(74) 대리인 안창삼

심사청구 : 있음

(54) 유기전계 발광재료의 정제장치

요약

본 발명은 유기 전계 발광재료의 정제장치를 개시한다.

본 발명의 유기전계 발광재료의 정제장치는, 석영재로 성형되며 그 일측에 정제 대상 물질이 배치되는 중공형의 제2석영 유리관과, 상기 제2석영 유리관의 외측에 공간을 두고 감싸는 형태로 구비되는 제1석영 유리관과, 상기 제1석영 유리관을 둘러싸도록 설치되며 정제 대상 물질의 승화점 이상으로 가열시키기 위하여 발열하는 히터를 포함하여 구성되는 유기전계 발광재료의 정제장치에 있어서, 상기 제2석영 유리관은 적어도 하나 이상 복수개로 분할 구성되고 분할 구성된 제2석영 유리관은 내부가 중공인 컨넥터에 의해 일체로 연결 구성된다.

상기와 같이 구성되는 유기전계 발광재료의 정제장치는 제2석영 유리관을 분할 구성하는 구조를 통해 기존의 정제장치에 비해서 동일시간에 대해 더 많은 양의 물질을 정제할 수 있어 정제시간을 단축시킬 수 있을 뿐만 아니라 고순도의 정제물질을 단시간에 얻을 수 있어 정제 수율을 대폭적으로 높일 수 있는 산업상 유용한 효과를 제공한다.

대표도

도 2

색인어

유기전계, 증착, 발광재료, 정제물질

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 종래 기술에 따른 유기전계 발광 재료의 정제장치를 개략적으로 나타낸 구성도,

도 2는 본 발명에 따른 유기전계 발광재료의 정제장치의 구성을 나타낸 도면,

도 3은 본 발명에 따른 유기전계 발광재료의 정제장치에서 제2석영 유리관에 내면에 정제물질이 부착된 상태를 나타낸 단면도,

도 4는 본 발명에 따른 유기전계 발광재료의 정제장치에서 제2석영 유리관의 분할 구조를 설명하기 위한 구성도.

<도면의 주요 부분에 대한 부호의 설명>

1 : 제2석영 유리관

2 : 제1석영 유리관

3 : 동관

4 : 히터

5 : 컨넥터

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 유기전계 발광재료의 정제장치에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 정제의 순도와 효율성을 높일 수 있도록 하여 대량 생산에 적합한 유기전계 발광재료의 정제장치에 관한 것이다.

최근, 음극선관(Cathode Ray Tube)의 단점인 무게와 부피를 줄일 수 있는 각종 평판 디스플레이 장치들이 개발되고 있으며, 이러한 평판 디스플레이 장치로는 액정 표시장치(Liquid Crystal Display : LCD)와, 전계 방출 표시장치(Field Emission Display : FED)와, 플라즈마 디스플레이 패널(Plasma Display Panel : PDP) 및 일렉트로미네스센스(Electro-luminescence : EL) 표시소자 등이 있다.

여기서, 상기 PDP는 구조와 제조공정이 비교적 단순하기 때문에 대화면화에 가장 유리하지만 발광효율과 휘도가 낮고 소비전력이 큰 단점이 있으며, 상기 LCD는 반도체공정을 이용하기 때문에 대화면화에 어려움이 있지만 노트북 컴퓨터의 표시소자로 주로 이용되면서 수요가 늘고 있지만, 대화면화가 어렵고 백라이트 유닛으로 인하여 소비전력이 큰 단점과 더불어 LCD는 편광필터, 프리즘시트, 확산판 등의 광학소자들에 의해 광손실이 많고 시야각이 좁은 문제점이 있었다. 이에 비하여, EL 표시소자는 유기 EL과 무기 EL로 대별되며, 응답속도가 빠르고 발광효율, 휘도 및 시야각이 큰 장점이 있다. 이때, 유기 EL인 유기전계 발광 디스플레이 소자는 대략 10[V] 정도의 전압으로 수만 [cd/m²]의 높은 휘도로 화상을 표시할 수 있다.

일반적으로 유기전계 발광 디스플레이 소자는 전자 주입전극(음극)과 정공 주입 전극(양극) 사이에 형성된 유기막에 전하를 주입하면 전자와 정공이 쌍을 이룬 후 소멸하면서 빛을 내는 소자로서 낮은 전압에서 구동이 가능하고, 또한 전력이 소모가 비교적 적은 것을 특징으로 하는 소자이다.

즉, 유기전계 발광 디스플레이 소자는 유기재료의 적층 박막에 직류전압을 인가하면, 전기에너지가 빛에너지로 변화하여 발광하는 현상을 이용한 평판디스플레이이다.

최근까지 제품화되어 있는 유기EL디스플레이는 저 분자계의 분체 유기발광 재료가 사용되고 있고, 이 저분자 유기발광재료는 수분이나 고에너지 입자에 약하기 때문에 유기발광층이나 음극금속전극의 박막형성은 섀도우 마스크(Shadow Mask)를 사용한 진공 증착에 의하여 패턴을 형성하고 있다.

이때, 상기 유기전계 발광 디스플레이 소자용으로 사용되는 발광재료는 정제를 필요로 하며, 이때의 발광 재료의 정제 기술은 합성된 물질중에서 순수한 색소 성분만을 분리하여 박막 증착에 이용하기 위한 것으로, 발광 재료의 정제 기술 향상에 따라서 색순도 및 발광 효율이 개선되고, 그리고 유기 전계 발광 소자의 발광 수명이 연장된다. 유기전계 발광재료의 대량 생산을 위해서는 공정시간의 단축 및 정제효율이 향상된 유기전계 발광재료의 정제 기술이 필수적이다.

즉, 유기전계 발광 디스플레이 소자의 수명을 결정짓는 주요한 요인은 여러 가지가 있겠으나, 그 중 대표적인 원인으로는 유기물질 내부의 불순물, 유기물질과 전극간의 계면, 유기물질의 낮은 결정화 온도(Tg), 산소와 수분에 의한 소자의 산화 등을 들 수가 있다.

이중에서 유기물질의 순도는 매우 중요한 요인으로 발생하는데, 유기 전계 발광 소자에 사용되는 유기물질에 불순물이 함유되어 있을 경우, 소자의 수명을 저하시킬 뿐만 아니라, 형성된 엑시톤(exciton)의 트랩 사이트(trap site)로 작용하여 엑시톤을 비발광 전이로 소멸시키는 역할을 하게 되어 결과적으로 유기전계 디스플레이 소자의 안정성이 크게 감소하게 된다.

기존에 사용되고 있는 Alq3, CuPc, NPD, dopant 는 이미 합성단계에 있어서 피할 수 없는 여러 가지의 불순물을 함유하고 있다.

따라서 지금까지 여러 가지 방법의 정제 방법이 사용되어 왔으나, 지금 널리 사용되고 있는 방법은 Hans J, Wagner 등이 고안한 승화법이 사용되고 있다(Journal of Materials Science 17(1982)2781~2791)

이러한 승화 정제법을 간략하게 설명하면, 승화(sublimate)는 상평형도에서 3 중점 이하의 온도와 압력에서 발생하는 기체-고체상의 전이 현상을 지칭한다. 상압에서 가열하면 열분해되는 물질이라 할지라도 3 중점 이하의 낮은 압력에서는 비교적 높은 온도에서도 분해되지 않는 상태가 유지된다. 이러한 성질을 이용하여 온도 기율기의 제어가 가능한 승화 장치내에서, 합성된 물질을 가열하여 물질이 분해되지 않은 상태로 승화점이 다른 불순물과 분리하는 조작을 진공 승화법(vacuum sublimation method)이라 한다. 이러한 진공 승화법은 순수한 물리적인 방법으로서 보조 시약의 사용이나 그 이외의 화학적 방법에 의하지 않으므로 시료의 오염이 없고 분리율이 큰장점을 가지고 있어서 유기 전계 발광 소자용 유기물질의 정제에 유용한 방법이다.

현재 통상적으로 사용되고 있는 유기 전계 발광 소자용 발광 재료의 정제 방법은 연속 승화 정제법(train sublimation)이다. 이 방법은 중공형인 긴 관의 끝부분에 정제 대상 물질을 위치시키고, 진공 펌프를 이용하여 관 내부를 진공화시킨 상태에서 히터로써 관을 가열하여 관 전체에 걸쳐 온도 기율기를 만드는 것이다. 이렇게 함으로써 분리하고자 하는 물질과 불순물의 승화점의 차이에 기인한 재결정 위치의 차이를 이용하여 물질을 분리할 수 있다. 경우에 따라서는 온도가 높은 쪽에서 낮은 쪽으로 진공도가 크게 떨어지지 않는 범위 내에서 정제장치를 구성하는 물질과 반응하지 않는 질소 또는 불활성 기체를 운송기체로 사용하여 이 운송기체의 흐름을 만들어 주어 기체 상태의 물질의 이동이 원활하게 해준다.

도 1 은 위에 설명된 바와 같은 종래기술에 따른 연속 승화 정제법을 수행하기 위한 종래의 승화 정제 장치를 개략적으로 도시한 구성도이다.

이에 나타내 보인 바와 같이, 정제 물질은 셀(400)내에 담기고, 셀(400)은 제2석영 유리관(100) 내의 일측에 배치된다. 그리고 상기 제2석영 유리관(100)의 외측은 제1석영 유리관(200)이 감싸고 있는 구조이다.

한편, 히터(500)는 제1석영 유리관(200)의 일측을 둘러싸듯이 설치되는데, 상기 히터(500)가 배치된 곳은 셀(400)이 배치된 위치에 대응된다. 한편, 진공 펌프(600)는 제2석영 유리관(100) 타측에 배치되어 제2석영 유리관(100)의 내부를 진공 상태로 유지시킨다.

여기서, 상기 셀(400)은 도시하지 않았으나 양 단부가 개방된 중공의 원통 석영관과, 이 석영관의 양 단부에 끼워 맞추어지며 스테인레스 스틸 재료로 구비되는 한쌍의 뚜껑을 포함하며, 각 뚜껑에는 구멍이 형성되는 구조이다.

이와 같은 구조를 갖는 승화 정제장치는 우선 진공펌프(600)를 이용하여 제2석영 유리관(100)의 내부를 진공 상태로 만들고, 소량의 운송기체를 진공 펌프(600)가 설치된 제2석영 유리관(100)의 전체에 흘러주어 미세한 압력 기율기를 형성한다.

그리고, 히터(500)를 이용하여 온도를 서서히 올리면 제2석영 유리관(100)의 전체에 걸쳐서 온도 기울기가 형성되는데 이때 형성되는 온도 분포는 정규 분포 곡선의 모양을 보인다. 이어서, 상기 셀(400)의 온도가 그 안에 담긴 정제 대상 물질의 승화점보다 높아지면 물질은 승화되기 시작하며, 이때 형성된 기체 분자는 셀(400)의 외부로 나온 뒤에 압력의 기울기에 의해 진공펌프(600) 설치된 방향으로 이동하기 시작한다. 이때, 정제 대상 물질보다 승화점이 높은 불순물은 셀(400)의 내부에 잔류한다.

이동하는 기체 분자는 승화점 이하의 온도를 가진 제2석영 유리관(100)의 구간에서 다시 고체상으로 전이되어, 상기 제2석영 유리관(100)의 내표면에 결정 상태로 맺힌다. 도면에서 1 에서 제2석영 유리관(100)의 내표면에 부호 (700)으로 표시된 것이 정제된 물질이 결정 상태로 맺힌 것이다. 일정시간이 경과하고 나면 가열을 멈추고 서서히 냉각시켜서 상온과 같아지면 내부 관(100)을 해체하여 결정 상태의 정제 물질(700)을 긁어내서 회수한다.

그러나, 유기전계 발광소자에 사용되는 물질은 불순물 함유량이 극히 적은 고순도 상태여야 하므로 단한번의 정제로는 필요한 순도의 물질을 얻기 어렵다.

따라서 도 1에 개시된 장치를 이용하는 정제방법은 1회 이상의 승화 정제 과정을 수회 반복하여 순도가 높은 물질을 얻어 내야만 하므로 정제공정의 되풀이에 따른 작업소요시간이 오래 걸려 대량 생산에 부적합한 문제점이 있었다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명은 상기한 문제점을 해결하기 위하여 창출된 것으로서, 불순물을 효율적으로 정제하여 고순도의 정제물질을 짧은 시간에 생산할 수 있도록 하여 대량생산에 적합한 유기전계 발광재료의 정제장치를 제공하는데 그 목적이 있다.

발명의 구성 및 작용

상기의 목적을 실현하기 위한 본 발명의 일 실시예에 따른 유기전계 발광재료의 정제장치는, 석영재로 성형되며 그 일측에 정제 대상 물질이 배치되는 중공형의 제2석영 유리관과, 상기 제2석영 유리관의 외측에 공간을 두고 감싸는 형태로 구비되는 제1석영 유리관과, 상기 제1석영 유리관을 둘러싸도록 설치되며 정제 대상 물질의 승화점 이상으로 가열시키기 위하여 발열하는 히터를 포함하여 구성되는 유기전계 발광재료의 정제장치에 있어서,

상기 제2석영 유리관은 적어도 하나 이상 복수개로 분할 구성되고 분할 구성된 제2석영 유리관은 내부가 중공인 컨벡터에 의해 일체로 연결되는 구성인 것을 그 특징으로 한다.

본 발명의 특징 및 이점들은 첨부도면에 의거한 다음의 상세한 설명으로 더욱 명백해질 것이다. 이에 앞서 본 명세서 및 청구범위에 사용된 용어나 단어는 발명자가 그 자신의 발명을 가장 최선의 방법으로 설명하기 위해 용어의 개념을 적절하게 정의할 수 있다는 원칙에 입각하여 본 발명의 기술적 사상에 부합되는 의미와 개념으로 해석되어야만 한다.

이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명에 따른 유기전계 발광재료의 정제장치의 일 실시예를 설명하면 다음과 같다.

도 2는 본 발명에 따른 유기전계 발광재료의 정제장치의 구성을 나타낸 도면이고, 도 3은 본 발명에 따른 유기전계 발광재료의 정제장치에서 제2석영 유리관에 내면에 정제물질이 부착된 상태를 나타낸 단면도이며, 도 4는 본 발명에 따른 유기전계 발광재료의 정제장치에서 제2석영 유리관의 분할 구조를 설명하기 위한 구성도이다.

이에 나타내 보인 바와 같이, 본 발명의 유기전계 발광재료의 정제장치는 정제 대상물질이 일측에 배치되는 석영으로 된 제2석영 유리관(1)과, 이 제2석영 유리관(1)의 외측에서 감싸는 형태로 구비되는 것으로 상기 제2석영 유리관(1)과 마찬가지로 석영관으로 된 제1석영 유리관(2)과, 그리고 상기 제1석영 유리관(2)을 전체적으로 커버하는 동관(3)을 구비하는 구조이다.

여기서, 상기 제2석영 유리관(1)의 내부는 진공펌프(미부호)에 의해 진공상태로 전환되며, 상기 제2석영 유리관(1)이 진공 상태에서 소량의 운송 기체를 제2석영 유리관(1)의 전체에 유동시키면 미세한 압력 기울기가 형성된다. 즉, 비활성 가스(inert gas)인 N₂ 또는 Ar을 유량계에 의해 1 토르(torr)정도의 유량이 되도록 흘려준다.

한편, 상기 동관(3)은 둘레를 둘러싸듯이 소정온도로 발열을 실시하는 히터(4)가 설치되는 구성이며, 상기 히터(4)를 이용하여 제2석영 유리관(1)의 일측에 배치되는 정제물질을 승화시키면서 불순물을 제거하게 된다.

상기와 같은 구성은 종전의 유기전계 발광재료의 정제장치의 구성과 대동소이하다. 다만, 본 발명은 내부에 위치되는 제2석영 유리관(1)을 복수개로 분할 구성하고, 이들 분할된 제2석영 유리관(1)을 다수개의 컨넥터(5)를 이용하여 일체로 연결 구성한 것을 제안한다.

즉, 상기 분할 구성되는 제2석영 유리관(1)을 서로 연결하는 컨넥터(5)는 석영 이외에 스테인레스 스틸, 알루미늄 또는 그 합금, 금, 은, 니켈, 테플론, 우레탄, 유리 및 이들의 혼합물로 성형될 수 있으며, 중공 형태로 제공됨에 따라 분할된 제2석영 유리관들을 일체로 연통되게 연결하는 구성이다.

이와 같이 구성되는 유기전계 발광재료의 정제장치는 제1석영 유리관(2)의 일측에 정제 대상 물질(a)이 배치된 상태에서 상기 히터(4)가 정제 대상 물질(a)에 포함된 물질들 중 순수한 물질의 승화점 이상의 온도로 발열을 하게 되면, 일차적으로 정제 대상 물질(a)이 승화되어 기체로 전환되며, 이렇게 전환된 기체는 도 3에서 보는 바와 같이 운송기체의 영향으로 다수개로 분할 구성되는 제2석영 유리관(1)의 내표면에 맺히게 된다.

즉, 상기 히터(4)를 가열하게 되면, 제2석영 유리관(1)의 전체에 걸쳐서 온도 기울기가 형성되는데, 이때 형성되는 온도 분포는 정규 분포 곡선의 모양을 보인다. 이어서, 상기 제1석영 유리관(2)의 온도가 그 내측에 위치한 정제 대상 물질의 승화점보다 높아지게 되면 정제 대상물질은 승화되기 시작하며, 이때 형성된 기체 분자는 압력의 기울기를 따라 이동하기 시작하며, 이때, 정제 대상 물질보다 승화점이 높은 불순물은 내부에 잔류한다.

즉, 히터(4)의 발열에 의해 제2석영 유리관(1)에 순수한 유기물인 정제물질이 맺히게 되고, 질량이 작은 불순물은 더 멀리 날아가게 된다.

따라서, 제2석영 유리관(1)을 분리한 후 유기물질의 특성에 따라 해당 구간에 위치한 분할된 제2석영 유리관(1)에 맺힌 비결정 물질을 회수하면 정제된 유기물질을 얻을 수 있게 된다.

한편, 본 발명은 기재된 실시 예에 한정하는 것이 아니고, 본 발명의 사상 및 범위를 벗어나지 않고 다양하게 수정 및 변형을 할 수 있음은 이 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게는 자명하다. 따라서, 그러한 변형예 또는 수정 예들은 본 발명의 특허청구범위에 속한다 해야 할 것이다.

발명의 효과

상기와 같이 구성되고 작용되는 유기전계 발광재료의 정제장치는 제2석영 유리관을 분할 구성하는 구조를 통해 기존의 정제장치에 비해서 동일시간에 대해 더 많은 양의 물질을 정제할 수 있어 정제시간을 단축시킬 수 있을 뿐만 아니라 고순도의 정제물질을 단시간에 얻을 수 있어 정제 수율을 대폭적으로 높일 수 있는 산업상 유용한 효과를 제공한다.

(57) 청구의 범위

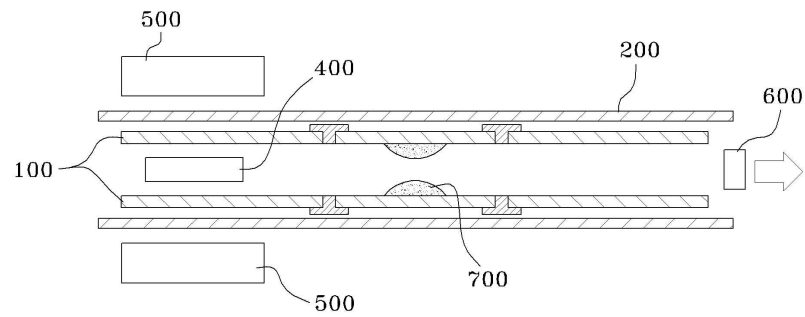
청구항 1.

석영재로 성형되며 그 일측에 정제 대상 물질이 배치되는 중공형의 제2석영 유리관과, 상기 제2석영 유리관의 외측에 공간을 두고 감싸는 형태로 구비되는 제1석영 유리관과, 상기 제1석영 유리관을 둘러싸도록 설치되며 정제 대상 물질의 승화점 이상으로 가열시키기 위하여 발열하는 히터를 포함하여 구성되는 유기전계 발광재료의 정제장치에 있어서,

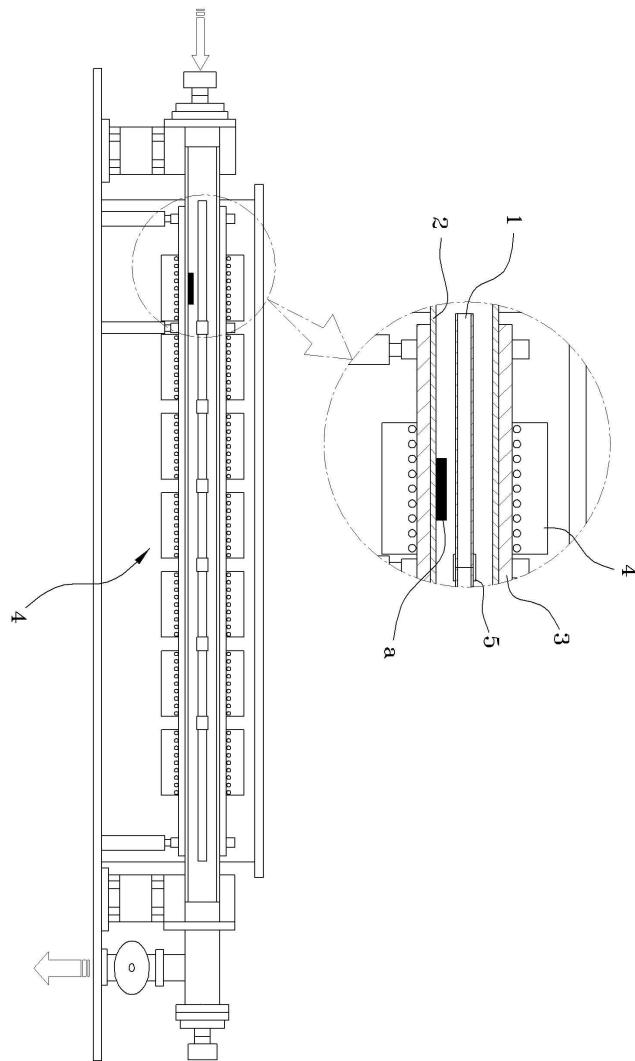
상기 제2석영 유리관은 적어도 하나 이상 복수개로 분할 구성되고 분할 구성된 제2석영 유리관은 내부가 중공인 컨넥터에 의해 일체로 연결되는 구성인 것을 특징으로 하는 유기전계 발광재료의 정제장치.

도면

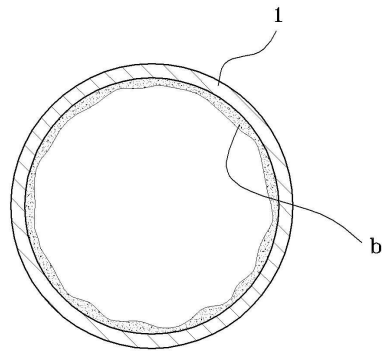
도면1



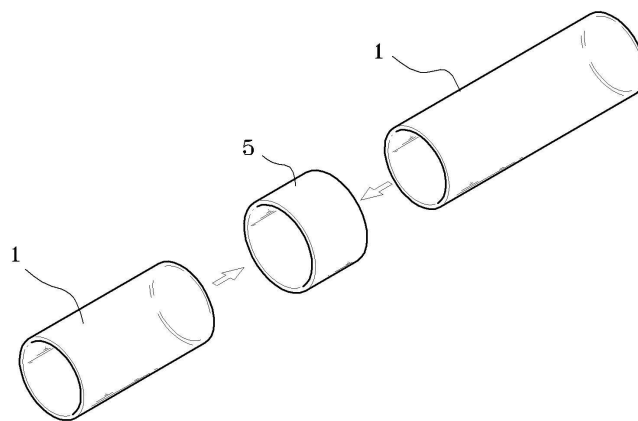
도면2



도면3



도면4



专利名称(译)	有机电致发光材料的净化装置		
公开(公告)号	KR1020060001893A	公开(公告)日	2006-01-06
申请号	KR1020050120308	申请日	2005-12-09
[标]申请(专利权)人(译)	数字光学和真空		
申请(专利权)人(译)	(五)的人.		
当前申请(专利权)人(译)	(五)的人.		
[标]发明人	YOUN KEUN CHUN		
发明人	YOUN, KEUN CHUN		
IPC分类号	C09K11/06		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明公开了有机电致发光材料的净化器。它与连接器连接成一体，其中第二石英玻璃管被分隔开的第二石英玻璃管和至少一个多数的有机电致发光材料的净化器由第二石英玻璃管构成。设置为中空的第一石英玻璃管，加热器和分隔的内部是本发明的有机电致发光材料的中空部分。装配在该形式上的第一个石英玻璃管放置空间并被第二石英玻璃管的外部包围。加热器发热，使其在精制物体材料的升华点上加热，同时安装它以包围第一石英玻璃管。通过如上所述构造的有机电致发光材料的净化器与现有净化器相比分隔和组织第二石英玻璃管的结构，工业上的有用效果可以同时精炼更多量的材料并且可以缩短精炼时间。可以在短时间内获得高纯度的精制材料，并且可以提高精炼产量。有机电场器件，沉积，发光材料，精制材料。

