



(19) 대한민국특허청(KR)
 (12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2010년05월28일
 (11) 등록번호 10-0959824
 (24) 등록일자 2010년05월18일

(51) Int. Cl.

C09K 11/06 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2002-0079681

(22) 출원일자 2002년12월13일

심사청구일자 2007년09월10일

(65) 공개번호 10-2003-0051311

(43) 공개일자 2003년06월25일

(30) 우선권주장

1020010079725 2001년12월15일 대한민국(KR)

(56) 선행기술조사문헌

JP07024205 A*

JP12093701 A*

JP2001323367 A

JP2706936 B2

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

에스케이씨 주식회사

경기 수원시 장안구 정자동 633번지

(72) 발명자

심홍식

서울특별시 강남구 일원동 659-9

장민식

대전광역시 유성구 신성동 LG하나아파트 103동 1201호

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

김원준, 장성구

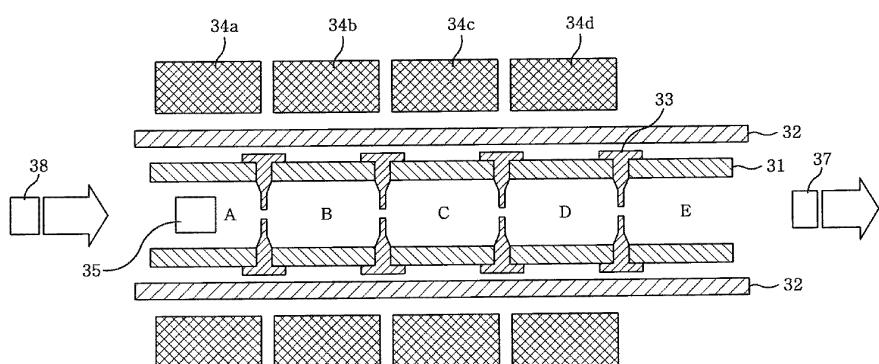
전체 청구항 수 : 총 13 항

심사관 : 오현식

(54) 유기 전계 발광 재료의 제작 장치 및 제작 방법

(57) 요약

유기전계 발광재료의 제작장치는 정제 대상 물질이 그의 일단에 배치되는 적어도 하나 이상의 내부관, 각 내부관의 내부를 복수개의 구간으로 분할하기 위한 복수개의 연결부재, 각 내부관의 각 구간을 정제 대상 물질의 승화점 이상으로 가열시키기 위한 가열기부, 각 내부관을 진공화시키기 위해 내부관의 타단에 마련되는 진공펌프를 포함한다. 각 연결부재는 그들 양측의 구간을 부분적으로 폐쇄시키기 위한 격벽 및 격벽의 대략 중앙부에 승화된 정제 대상 물질의 기체가 통과하는 구멍을 갖는다.

대 표 도

(72) 발명자

변기남

서울특별시 서대문구 흥제3동 266-34 통 1반

박상훈

충청북도 청원군 강내면 월곡리 두진아파트 102동 504호

손종훈

서울특별시 강남구 포이동 167번지 그린빌라 1001호

김형모

서울특별시 강남구 일원동 우성7차 아파트 115-1003호

특허청구의 범위

청구항 1

정제 대상 물질이 그의 일단에 배치되는 적어도 하나 이상의 내부관;

상기 각 내부관의 내부를 복수개의 구간으로 분할하기 위한 복수개의 연결부재;

상기 각 내부관의 각 구간을 정제 대상 물질의 승화점 이상으로 가열시키기 위한 가열기부;

상기 각 내부관을 진공화시키기 위해 상기 내부관의 타단에 마련되는 진공펌프를 포함하며,

상기 각 연결부재는 그들 양측의 구간을 부분적으로 폐쇄시키기 위한 격벽 및 격벽의 중앙부에 승화된 정제 대상 물질의 기체가 통과하는 구멍을 가지되,

상기 각 연결부재의 격벽의 구멍에 승화된 정제 대상 물질의 기체로부터 이물질을 제거하기 위한 그물망이 설치되는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 재료의 정제 장치.

청구항 2

제 1항에 있어서, 상기 적어도 하나 이상의 내부관에 정제 대상 물질의 투입을 한번만하는 것에 의해 두 번 이상의 승화정제 과정이 연속적으로 수행되는 것이 가능한 것을 특징으로 하는 정제 장치.

청구항 3

제 1 항에 있어서, 정제 대상 물질이 놓여지는 상기 적어도 하나 이상의 내부관 구간은 정제 대상 물질이 승화되는 승화부 구간이고, 상기 승화부 구간의 반대측 끝부의 내부관 구간은 정제된 물질을 회수하기 위한 수집부 구간이며, 상기 승화부 구간과 상기 수집부 구간 사이의 상기 적어도 하나 이상의 내부관 구간은 승화부 구간 또는 수집부 구간으로 사용되는 것을 특징으로 하는 정제 장치.

청구항 4

제 1 항에 있어서, 상기 내부관의 일단에 마련되어, 각 내부관의 일단으로부터 타단으로 운송기체를 공급하기 위한 운송기체 공급부를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 재료의 정제 장치.

청구항 5

삭제

청구항 6

제 4 항에 있어서, 상기 진공 펌프의 진공도 및 상기 운송기체 공급부에서 공급되는 운송기체의 유량을 조절함으로써 정제 대상 물질이 상기 각 내부관의 내표면에 결정화되는 위치를 조절하는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 재료의 정제 장치.

청구항 7

제 1 항에 있어서, 상기 가열기부는 복수개의 가열기를 가지며, 복수개의 가열기는 각 내부관의 구간에 각각 대응하도록 배치되는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 재료의 정제 장치.

청구항 8

제 1 항에 있어서, 상기 가열기부는 상기 각 내부관의 각 구간을 가열시키기 위한 하나의 가열기를 가지며, 상기 가열기는 상기 각 내부관의 각 구간을 따라 이동가능하게 배치되는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 재료의 정제 장치.

청구항 9

제 1 항에 있어서, 상기 가열기부는 상기 각 내부관의 각 구간을 가열시키기 위한 하나의 가열기를 가지며, 상기 각 내부관은 상기 가열기에 의해 그의 각 구간이 가열되도록 가열기에 대해 이동가능하게 배치되는 것을 특

징으로 하는 유기 전계 발광 재료의 정제 장치.

청구항 10

제 1 항에 있어서, 상기 각 연결부재는 한번에 적어도 하나 이상의 내부관의 구간을 연결하는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 재료의 정제 장치.

청구항 11

제 4 항에 있어서, 상기 운송기체 공급부는 기체의 흐름을 균일하게 하기 위한 다수의 구멍을 갖는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 재료의 정제 장치.

청구항 12

제 4 항에 있어서, 상기 운송기체 공급부로부터 공급되는 기체는 질소 또는 불활성기체인 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 재료의 정제 장치.

청구항 13

제 1 항에 있어서, 상기 연결부재는 석영, 스테인레스 스틸, 알루미늄, 금, 은, 백금, 니켈, 텐플론, 우레탄, 유리 및 이들의 혼합물들중 어느 하나로서 제작된 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 재료의 정제 장치.

청구항 14

제 1 항에 있어서, 상기 그물망은 석영, 스테인레스 스틸, 알루미늄, 금, 은, 백금, 니켈, 텐플론, 우레탄, 유리 및 이들의 혼합물들중 어느 하나로서 제작된 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 재료의 정제 장치.

청구항 15

삭제

청구항 16

삭제

청구항 17

삭제

청구항 18

삭제

청구항 19

삭제

청구항 20

삭제

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

[0013] 본 발명은 유기 전계 발광 재료의 정제 방법 및 정제 장치에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 발광 효율이 높고 정제효율 및 공정시간이 단축되고 대량생산에 적용 가능한 유기 전계 발광 재료의 정제 방법 및 정제 장치에 관한 것이다.

- [0014] 통상적으로 유기 전계 발광 소자용으로 사용되는 발광 재료는 정제를 필요로 한다. 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.
- [0015] 유기 전계 발광 소자는 통상적으로 승화 정제법을 이용하여 정제된다. 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 기울기의 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 큰 장점을 가지고 있어서 유기 전계 발광 소자용 유기 물질의 정제에 유용한 방법이다.
- [0016] 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 가열기로써 관을 가열하여 관 전체에 걸쳐 온도 기울기를 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 불활성기체를 운송기체로 사용하여 이 운송기체의 흐름을 만들어 주어 기체 상태의 물질의 이동이 원활하게 해준다.
- [0017] 도 1은 위에 설명된 바와 같은 연속 승화 정제법을 수행하기 위한 종래의 승화 정제 장치를 개략적으로 도시한 도면이다.
- [0018] 도면을 참조하면, 정제 시료는 셀(4)내에 담기고, 셀(4)은 내부관(1) 내의 일측에 배치된다. 내부관(1)은 연결부재(3)에 의해서 상호 연결된 것이며, 내부관(1)의 외측을 외부관(2)이 감싸고 있다. 가열기(5)는 외부관(2)의 일측을 둘러싸듯이 설치되는데, 가열기(5)가 배치된 곳은 셀(4)이 배치된 위치에 대응된다. 한편, 진공 펌프(6)는 내부관(1) 타측에 배치되어 내부관(1)의 내부를 진공화시킨다.
- [0019] 도 2에 도시된 것은 정제 시료를 담을 셀(4)을 개략적으로 도시한 사시도이다.
- [0020] 도면을 참조하면, 셀(4)은 양 단부가 개방된 중공의 원통 석영관(20), 석영관(20)의 양 단부에 끼워 맞추어지며 스테인레스 스틸 재료로 이루어지는 한 쌍의 뚜껑(21)을 포함하며, 각 뚜껑(21)에는 구멍(22)이 형성되어 있다.
- [0021] 위와 같은 구조를 가지는 승화 정제 장치를 이용하려면 우선 진공 펌프(6)를 이용하여 내부관(1)의 내부를 진공 상태로 만들고, 소량의 운송기체를 진공 펌프(6)가 설치된 내부관(1)의 전체에 흘려주어 미세한 압력 기울기를 형성한다. 가열기(5)를 이용하여 온도를 서서히 올리면 내부관(1)의 전체에 걸쳐서 온도 기울기가 형성되는데 이때 형성되는 온도 분포는 정규 분포 곡선의 모양을 보인다. 셀(4)의 온도가 그 안에 담긴 정제 대상 물질의 승화점보다 높아지면 물질은 승화되기 시작하며, 이때 형성된 기체 분자는 셀(4)의 구멍(22)을 통해서 외부로 나온 뒤에 압력의 기울기에 의해 진공 펌프(6)가 설치된 방향으로 이동하기 시작한다. 이때, 정제 대상 물질보다 승화점이 높은 불순물은 셀(4)의 내부에 잔류한다. 이동하는 기체 분자는 승화점 이하의 온도를 가진 내부관(1)의 구간에서 다시 고체상으로 전이되어, 내부관(1)의 내표면에 결정 상태로 맺힌 것이다. 충분한 시간이 지나고 나면 가열을 멈추고 서서히 냉각시켜서 상온과 같아지면 내부관(1)을 해체하여 결정 상태의 정제 물질(25)을 긁어내서 회수한다.
- [0022] 통상적으로 유기 전계 발광 소자에 사용되는 물질은 불순물 함유량이 극히 적은 고순도 상태여야 하므로, 단 한번의 정제로는 필요한 순도의 물질을 얻기 어렵다. 따라서 도 1을 참조하여 설명된 장치를 이용하는 정제 방법은 1회 이상의 승화 정제 과정을 반복하여 순도가 높은 물질을 얻어야만 한다. 이때 정제 대상 물질을 긁어내는 과정에서 양적 손실이 발생하게 된다. 또한 정제를 되풀이할 때마다 외부관(2)을 해체하여야 하므로 정제 대상 물질이 공기 중에 노출되어 산소나 수증기에 의한 오염 또는 변질 현상이 일어날 수 있으며, 전체적으로 정제에 소요되는 시간이 길어진다는 문제점이 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

- [0023] 본 발명은 상기와 같은 문제점을 해결하기 위하여 안출된 것으로서, 본 발명의 목적은 개선된 유기 전계 발광 재료의 정제 장치를 제공하는 것이다.
- [0024] 본 발명의 다른 목적은 개선된 유기 전계 발광 재료의 정제 방법을 제공하는 것이다.
- [0025] 이와 같은 목적을 달성하기 위해, 본 발명의 일 실시예에 따르면, 정제 대상 물질이 그의 일단에 배치되는 적어도 하나 이상의 내부관, 각 내부관의 내부를 복수개의 구간으로 분할하기 위한 복수개의 연결부재, 각 내부관의 각 구간을 정제 대상 물질의 승화점 이상으로 가열시키기 위한 가열기부, 내부관을 진공화시키기 위한 진공펌프를 포함하며, 각 연결부재는 그들 양측의 구간을 부분적으로 폐쇄시키기 위한 격벽 및 격벽의 대략 중앙부에 승화된 정제 대상 물질의 기체가 통과하는 구멍을 갖는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 재료의 정제 장치가 제공된다.
- [0026] 본 발명의 다른 실시예에 따르면, 적어도 하나 이상의 내부관의 내부를 부분적으로 상호 연통되도록 복수개의 구간으로 구획하는 단계, 각 내부관의 일단부에 정제 대상 물질을 공급하는 단계, 각 내부관을 진공화하는 단계, 각 내부관의 구간중 정제 대상 물질이 공급된 구간으로부터 이와 멀어지는 구간으로 순차적으로 가열하여 하는 단계를 포함하며, 가열 단계는 정제 대상 물질의 승화점 이상으로 각 구간을 순차적으로 가열시키는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 재료의 정제 방법을 제공한다.

발명의 구성 및 작용

- [0027] 이하, 본 발명을 첨부된 도면을 참고하여 보다 상세하게 설명하기로 한다.
- [0028] 도 3에 도시된 것은 본 발명의 제 1 실시예에 따른 유기 전계 발광 재료의 정제 장치를 개략적으로 나타낸 것이다.
- [0029] 도면을 참조하면, 장치는 석영 재료로 제작된 중공형의 내부관(31)과, 내부관(31)의 외측에 배치된 외부관(32)과, 외부관(32)을 둘러싸도록 설치된 제 1 내지 제 4 의 가열기(34a, 34b, 34c, 34d)를 구비한다. 내부관(31)의 내측에는 정제 대상 물질이 담긴 셀(35)이 배치된다. 셀(35)은 도 2 를 참조하여 설명된 구조와 동일한 구조를 가지므로, 그에 대한 상세한 설명은 여기에서는 생략한다. 내부관(31)은 다수개, 예를 들어 4개의 연결부재(33)에 의해서 상호 연결된다. 또한 내부관(31)의 내부는 다수개의 연결부재(33)에 의해서 몇 개의 구간, 예를 들어 5 개의 구간인 제 1 구간(A), 제 2 구간(B), 제 3 구간(C), 제 4 구간(D) 및 제 5 구간(E)으로 나누어진다. 1 내지 제 4 가열기(34a, 34b, 34c, 34d)는 이러한 제 1 내지 제 4 구간(A 내지 D)에 각각 대응하도록 배치된다. 제 1 내지 제 4 가열기(34a, 34b, 34c, 34d)는 내부관(31)의 제 1 내지 제 4 구간(A 내지 D)을 소정의 온도로 가열할 수 있다. 가열기(34a, 34b, 34c, 34d)중 어느 하나를 이용하여 이에 대응하는 구간을 가열시키면, 인접한 구간의 온도도 상승하게 된다. 본 발명에서는 가열기를 각 구간에 대응하여 별도로 설치함으로써, 각 구간이 시간에 따라서 연속적으로 가열될 수 있도록 한 것이다. 또 다른 방법으로는 상기 가열기를 하나로 하면서 가열기 또는 내부관을 서로 상대적으로 움직여서 적어도 2단계 이상의 가열을 할 수 있는 스퍼레이딩장치를 부가할 수 있다.
- [0030] 한편, 내부관(31)은 그의 일 단부에 배치된 진공 펌프(37)에 의해서 그의 내부가 진공화될 수 있다. 또한, 진공 펌프(37)에 대하여 내부관(31)의 반대편에 배치된 운송기체 공급부(38)로부터 내부관(31)의 내부로 질소 또는 불활성 기체를 공급할 수 있다.
- [0031] 본 발명의 제 1 실시예에 따른 연결부재(33)와 내부관(31)의 결합 관계를 설명하기 위한 도 4a를 참조하면, 연결부재(33)는 내부관(31)의 구간들 사이에 삽입된다. 각 연결부재(33)에는 인접한 내부관(31) 구간의 단부를 부분적으로 폐쇄하기 위한 격벽(42)이 형성되어 있으며, 격벽(42)의 대략 중앙부에는 구멍(41)이 형성되어 있다.
- [0032] 연결부재(33)의 변형예인 연결부재(33a)와 내부관(31)의 결합 관계를 설명하기 위한 도 4b를 참조하면, 연결부재(33a)의 전체적인 구성을 도 4a에 도시된 연결부재(33)와 유사하다. 즉, 연결부재(33a)에는 격벽(45)이 형성되며, 격벽(45)의 중앙부에 구멍(46)이 형성되어 있는데 이 구멍에는 그물망(43)이 설치되어 있다.
- [0033] 연결부재(33, 33a) 및 그물망(43)은 석영 이외에, 스테인레스 스틸, 알루미늄, 금, 은, 백금, 니켈, 태플론, 우레탄, 유리 및 이들의 혼합물로서 제작될 수 있다. 또한 구멍(41, 46)의 직경은 대략 3 mm 보다 크고, 10 mm 보다 작으며, 그물망(43)의 각 눈금의 크기는 대략 0.1 mm X 0.1 mm 내지 5 mm X 5 mm이다.
- [0034] 이하, 본 발명의 제 1 실시예에 따른 정제 장치를 이용한 정제 대상 물질의 정제 방식을 설명하기로 한다.

- [0035] 불순물을 포함하는 정제 대상 물질은 셀(35)에 담긴 상태로 내부관(31)의 제 1 구간(A)내에 배치된다. 정제 대상 물질에 포함된 물질들중 순수한 물질의 승화점 이상의 온도로 가열기(34a)를 가열하면, 일차적으로 정제된 물질이 제 2 구간(B)으로 이동한다. 이때, 장치 전체에 걸쳐 나타나는 온도 기울기는 도 5a 에 도시된 바와 같이 제 1 구간(A)에서 온도가 가장 높고, 다른 구간으로 갈수록 온도가 낮아진다. 정제 대상 물질이 승화되어 기체가 되면 셀(35)의 구멍을 통해 배출된 뒤에, 운송기체 공급부(38)로부터 공급되는 운송기체의 영향으로 제 2 구간(B)으로 이동한다. 이때 도 4a에 도시된 바와 같은 연결부재(33)의 격벽(42)의 구멍(41)을 통과하거나 또는 도 4b에 도시된 바와 같은 그물망(43)을 통과하게 된다. 격벽(42, 45)의 구멍(41, 46) 및 그물망(43)은 불순물이 다른 구간으로 이동하는 것을 방지하기 위한 것이다.
- [0036] 가열기(34a)의 온도와 운송기체의 유량을 조절함으로써 제 2 구간(B)내에서 정제 대상 물질의 기체가 내부관(31)의 내표면에 맷히는 위치를 조절할 수 있다. 가장 바람직한 상태는 정제된 물질이 제 2 구간(B)의 중앙부에 맷히는 것이다.
- [0037] 위와 같은 일차적인 정제 과정이 끝나게 되면 제 1 구간(A)에는 불순물만이 남는 반면에 제 2 구간(B)에는 상대적으로 정제된 순수 시료들이 존재하게 된다. 다음에는 제 2 구간(B)에 대응하는 가열기(34b)를 작동시켜서 제 2 구간(B)을 가열한다. 제 2 구간(B)을 가열할 때의 온도 기울기는 도 5B 에 도시된 바와 같다. 이와 같은 온도 상태에서는 다시 제 2 구간(B)에서 승화된 물질이 연결부재(33)의 구멍(41) 또는 연결부재(33a)의 구멍(46)에 마련된 그물망(43)을 통해서 제 3 구간(C)으로 유동하게 된다. 이와 같이 함으로써 이차적인 정제가 구현되고, 따라서 제 2 구간(B)에는 불순물이 남게 되고, 제 3 구간(C)에는 보다 정제된 물질들이 맷히게 되는 것이다.
- [0038] 위와 같은 방식으로, 제 3 가열기(34c) 및 제 4 가열기(34d)를 이후에 차례로 작동시킴으로써, 제 3 구간(C) 및 제 4 구간(D)에서 정제 대상 물질들이 더욱 정제된다. 최종적으로는 제 5 구간(E)에 가장 정제된 물질이 남게 된다.
- [0039] 위와 같은 장치를 이용하여 실제로 유기 전계 발광 소자의 제작에 사용되는 발광 재료인 트리스(8-하이드록시퀴놀리나토) 알루미늄(Alq₃)의 정제 실험을 수행하였다. 사용된 Alq₃ 는 제작사에 의해서 95% 이상의 순도가 보장되는 것이다.
- [0040] 실험 예 1
- [0041] 우선 Alq₃ 의 20g 을 셀(35)에 투입하여 제 1 구간(A)에 배치하였다. 다음에 진공 펌프(37)를 이용하여 내부관(31)을 진공 상태로 만든후, 질소를 분당 50 cm³ 의 비율로 유동시켰다. 제 1 가열기(34a)의 온도를 3 시간에 걸쳐서 상온에서 340°C의 온도로 올리고, 6 시간 동안 이 온도를 유지하였다. 340°C 는 상술한 유기 전계 발광 재료가 승화되기에 충분한 온도이다. 이때, 제 2 의 가열기(34b)가 위치한 내부관(31)의 제 2 구간(B)의 온도는 제 1 가열기(34a)의 영향으로 약 220°C에 달하였다. 제 1 가열기(34a)가 340°C에 도달하고 5 시간이 지난 이후부터, 1 시간에 걸쳐 제 2 가열기(34b)는 220°C 로부터 340°C로 가열되며, 제 2 가열기(34b)가 340°C에 도달한 순간부터 첫번째 가열기(34a)는 자연 냉각되기 시작하였다. 제 2 가열기(34b)는 6 시간 동안 340°C 로 유지되며, 5 시간 이후부터 제 3 가열기(34c)의 가열이 시작되었다. 이러한 과정은 제 3 및 제 4 가열기(34c, 34d)에 대해서도 동일하게 적용될 수 있을 것이다. 또 다른 방법으로는 가열기를 하나로 하면서 가열기 또는 내부관을 서로 상대적으로 움직여서 적어도 2단계 이상의 가열을 할 수 있다.
- [0042] 위와 같은 실험에 있어서, 기존의 통상적인 방법과의 비교를 위해서 제 2 가열기(34b) 까지만 작동시킨 후에, 도 3의 제 3 구간(C)의 내부관(31)의 내표면에 맷힌 정제 물질을 회수한다. 다른 예에서는 제 4 가열기(34d) 까지 모두 작동하여 제 5 구간(E)에 맷힌 시료를 회수하였다. 최종적으로 가열이 종료되면 3 시간에 걸쳐서 상온 까지 자연 냉각시키고, 내부관(31) 내의 진공 상태를 해제하고 정제된 Alq₃ 를 회수하였다. 모든 정제 과정이 끝난 후에 셀(35) 내부를 비롯하여, 제 2 구간(B), 제 3 구간(C) 및 제 4 구간(D)에도 내부관(31)의 내표면에 소량의 암갈색 불순물이 존재하였다.
- [0043] 한편, 도 3 및 도 4 에 도시된 본 발명의 제 1 실시예는 셀에 담기는 물질의 양이 많아질수록 셀 내부에서의 물질간에 온도전달이 원활하지 못하여 내부에 온도차이가 발생하고 이로 인하여 정제의 시간이 증가하고 정제 효율이 감소될 수 있다. 또한, 대량 정제에 있어서는 운송기체 공급에 있어서도 내부관에 균일하게 공급되지 않을 수 있다.
- [0044] 이와 같은 단점을 해소하기 위해, 본 발명의 제 2 실시예에 따른 유기전계 발광재료의 정제 장치는 복수개의 내부관 및 다수의 연결부재를 구비한다.

- [0045] 본 발명의 제 2 실시예에 따른 내부관의 단면적의 합은 본 발명의 제 1 실시예에 따른 내부관의 단면적 합과 대략 동일하도록 구성된다.
- [0046] 도 6 에 도시된 것은 본 발명의 제 2 실시예에 따른 유기 전계 발광 재료의 정제 장치를 개략적으로 나타낸 것이다. 도 7 은 본 발명의 제 2 실시예에 따른 정제 장치에 사용되는 연결부재(53)를 나타낸 도면이다. 도 8A는 정제 장치에 사용되는 운송기체 공급부(57)를 개략적으로 나타낸 것이다.
- [0047] 도면을 참조하면, 본 발명의 제 2 실시예에 따른 정제 장치는 석영 재료로 제작된 중공형의 복수개, 예를 들어 7개의 내부관(51)과, 전체 내부관(51)의 외측에 배치된 외부관(52)과, 외부관(52)을 둘러싸도록 설치된 제 1 내지 제 4 의 가열기(54a, 54b, 54c, 54d)를 구비한다. 본 실시예에 있어서, 내부관들(51)의 구성 및 역할은 서로 동일하므로, 이하의 기재에 있어서는 1개의 내부관을 중심으로 설명한다.
- [0048] 내부관(51)의 내측에는 정제 대상 물질이 담긴 셀(55)이 배치된다. 셀(55)은 도 2 를 참조하여 설명된 구조와 동일한 구조를 가지므로, 그에 대한 상세한 설명은 여기에서는 생략한다. 내부관(51)은 다수개, 예를 들어 4개의 연결부재(53)에 의해서 상호 연결된다. 또한 각 내부관(51)의 내부는 연결부재(53)에 의해서 몇개의 구간, 예를 들어 5개의 구간인 제 1 구간(A), 제 2 구간(B), 제 3 구간(C), 제 4 구간(D) 및 제 5 구간(E)으로 나누어 진다. 제 1 내지 제 4 가열기(54a, 54b, 54c, 54d)는 이러한 제 1 내지 제 4 구간에 각각 대응하도록 배치된다. 제 1 내지 제 4 가열기(54a, 54b, 54c, 54d)는 내부관(51)의 제 1 내지 제 4 구간(A 내지 D)을 소정의 온도로 가열할 수 있다. 가열기(54a, 54b, 54c, 54d)중 어느 하나를 이용하여 이에 대응하는 한 구간을 가열시키면, 인접한 구간의 온도도 상승하게 된다. 본 발명에서는 가열기를 각 구간에 대응하여 별도로 설치함으로써, 각 구간이 시간에 따라서 연속적으로 가열될 수 있도록 한 것이다. 또 다른 방법으로는 가열기를 하나로 하면서 가열기 또는 내부관을 서로 상대적으로 움직여서 적어도 2단계 이상의 가열을 할 수 있는 슬라이딩장치를 부가할 수 있다.
- [0049] 한편, 내부관(51)은 외부관(52)의 일 단부에 배치된 진공 펌프(56)에 의해서 진공화될 수 있다. 또한, 진공 펌프(56)에 대하여 외부관(52)의 반대편에 배치된 운송기체 공급부(57)로부터 상기 내부관(51)의 내부로 질소 또는 불활성 기체를 공급할 수 있다.
- [0050] 도 7a는 본 발명의 제 2 실시예에 따른 연결부재(53)와 내부관(51)의 결합 관계를 설명하기 위한 도면이고, 도 7b는 연결부재(53)의 변형예인 연결부재(53a)와 내부관(51)의 결합 관계를 설명하기 위한 도면이다.
- [0051] 도 7a 및 도 7b의 연결부재(53, 53a)는 한번에 7개의 내부관(51)을 연결하는 예를 보여 준다. 따라서 이 경우 7 개의 정제 프로세스가 동시에 일어날 수 있다.
- [0052] 도 7a를 참조하면, 연결부재(53)는 석영으로 제작된 각 내부관(51)의 내부를 구획하는 역할을 한다. 연결부재(53)에는 인접한 내부관(51) 구간의 단부를 부분적으로 폐쇄하기 위한 격벽(47a)이 다수 형성되어 있으며, 격벽(47a)의 대략 중앙부에는 구멍(46a)이 형성되어 있다. 연결부재(53)에는 이와 같은 격벽(47a)이 7개 존재하며 구멍(46a)도 7개 존재하고 각각은 양쪽으로 하나씩의 내부관(51) 구간을 서로 연결하여 전체 내부관(51)을 형성 한다.
- [0053] 도 7b에 도시된 연결부재(53a)의 전체적인 구성은 도 7a에 도시된 연결부재(53)와 유사하다. 즉, 연결부재(53a)는 다수의 격벽(47b)이 형성되며, 각 격벽(47b)의 대략 중앙부에 구멍(46b)이 형성되는데 구멍(46b)에는 그물망(48)이 설치되어 있다.
- [0054] 도 8a 및 도 8b에 도시된 운송기체 공급부(57)는 운송기체가 수용되는 공간(81)과 다수의 정제 프로세스에서 기체의 흐름이 균일하게 되도록 운송기체의 흐름을 유도하기 위한 다수의 구멍(82)을 갖는다. 이 운송기체 공급부(57)는 석영 이외에, 스테인레스 스틸, 알루미늄, 금, 은, 백금, 니켈, 테플론, 우레탄, 유리 및 이들의 혼합물로서 제작될 수 있으며, 각 구멍의 직경은 대략 0.1 mm 내지 5 mm 이다.
- [0055] 위에 설명된 바와 같은 본 발명의 제 2 실시예에 따른 정제 장치를 이용한 정제 대상 물질의 정제 방식은 앞서 설명한 본 발명의 제 1 실시예와 동일하며, 다만 다수의 정제 프로세스가 복수개의 내부관(51)을 통해 동시에 진행되는 점에 차이가 있다.
- [0056] 상술한 기재에 있어서, 내부관의 단면 형상은 원형인 것으로 설명되었지만, 이에 한정되는 것이 아니라 직사각형일 수도 있다. 예를 들어, 상술한 각 내부관의 단면적의 합과 대략 동일한 직사각형의 내부관을 마련하고, 이 내부관의 바닥에 정제 대상 물질을 균일하게 분포시켜 정제를 실행할 수도 있다.
- [0057] 위와 같은 장치를 이용하여 실제로 유기 전계 발광 소자의 제작에 사용되는 발광 재료인 트리스(8-하이드록시퀴놀리나토) 알루미늄(Alq₃)의 정제 실험을 수행하였다. 사용된 Alq₃ 는 제작사에 의해서 95% 이상의 순도가 보

장되는 것이다.

[0058] 실험 예 2

우선 Alq₃ 의 3 g씩을 투입한 셀(55) 7개를 각 내부관(51)의 제 1 구간(A)에 배치하였다. 다음에 진공 펌프(56)를 이용하여 각 내부관(51)을 진공 상태로 만든 후, 운송기체 공급부(57)를 통해 질소를 분당 50 cm³ 의 비율로 유동시키면서, 제 1 가열기(54a)의 온도를 3 시간에 걸쳐서 상온에서 340°C의 온도로 올리고, 4 시간 동안이 온도를 유지하였다. 340°C는 상술한 유기 전계 발광 재료가 승화되기에 충분한 온도이다. 이때, 제 2 가열기(54b)가 위치한 각 내부관(51)의 구간(B)의 온도는 제 1 가열기(54a)의 영향으로 약 220°C에 달하였다. 제 1 가열기(54a)가 340°C에 도달하고 3 시간이 지난 이후부터, 1 시간에 걸쳐 제 2 가열기(54b)는 220°C로부터 340°C로 가열되며, 제 2 가열기(54b)가 340°C에 도달한 순간부터 첫번째 가열기(54a)는 자연 냉각되기 시작하였다. 제 2 가열기(54b)는 4 시간 동안 340°C로 유지되며, 3 시간 이후부터 제 3 가열기(54c)의 가열이 시작되었다. 이러한 과정은 제 3 및 제 4 가열기(54c, 54d)에 대해서도 동일하게 적용될 수 있을 것이다. 또 다른 방법으로는 가열기를 하나로 하면서 가열기 또는 내부관을 서로 상대적으로 움직여서 적어도 2단계 이상의 가열을 할 수 있다.

[0060] 위와 같은 실험에 있어서, 제 4 가열기(54d) 까지 모두 작동하여 제 5 구간(E)에 맷힌 시료를 회수하였다. 최종적으로 가열이 종료되면 3 시간에 걸쳐서 상온까지 자연 냉각시키고, 내부의 진공 상태를 해제하고 정제된 Alq₃ 를 회수하였다. 모든 정제 과정이 끝난 후에 셀 내부를 비롯하여, 제 2 구간(B), 제 3 구간(C) 및 제 4 구간(D)에도 내부관(31)의 내표면에 소량의 암갈색 불순물이 존재하였다.

[0061] 종래의 승화 정제 장치를 본 발명의 제 1 및 제 2 실시예와 비교하기 위하여 종래의 정제 장치를 이용하여 다음의 정제 실험을 행하였다.

[0062] 실험 예 3

도 1에 도시된 바와 같은 종래의 승화 정제 장치를 이용한 경우 셀(4)에는 동일한 정제 대상 물질이 20g 담기게 되며, 셀(4)은 가열기(5)에 대응하여 위치되었다. 또한 진공 펌프(6)에 의한 진공 및 운송기체 공급 조건도 본 발명의 장치와 동일하게 설정되었다. 가열기(5)는 3 시간에 걸쳐 상온에서 340°C로 가열된 후에, 6 시간 동안 해당 온도로 유지되었다. 이후 3 시간에 걸쳐 상온까지 온도를 낮추고, 진공 상태를 해제하여, 정제된 Alq₃ 를 회수하였다. 이때 셀(4) 안에는 승화되지 못한 암갈색 불순물이 남아 있었다. 셀(4)과 내부 관(1)을 세척, 건조 시킨 이후에, 정제된 Alq₃ 를 다시 셀(4)에 담고 동일한 정제과정을 반복하여 실시하였다. 정제 과정은 4 회에 걸쳐 반복되었으며 각 정제 단계마다 회수된 Alq₃ 의 질량 및 소요 시간을 조사하였다.

[0064] 도 9에 도시된 것은 본 발명의 제 1 실시예에 따라 정제된 유기 전계 발광 재료를 이용한 유기 전계 발광 소자의 개략적인 구성도이다.

[0065] 도면에 도시된 바와 같이, 유리 기판(61)의 표면에, 예를 들어 ITO로 이루어지는 투명 전극층(62), 예를 들어 TPD(triphenyl diamine)로 이루어지는 정공 수송층(63), 정제대상 물질로부터 정제된 물질인 유기 전계 발광 재료(예를 들어, Alq₃)로 이루어지는 발광/전자 수송층(64) 및 금속 전극층(65)이 차례로 적층된다. 전압은 투명 전극층(62)과 금속 전극층(65) 사이에 인가된다.

[0066] 도 10에 도시된 것은, 종래의 정제 장치와 본원 발명의 제 1 실시예에 따른 정제 장치를 이용하여 각각 정제된 유기 전계 발광 재료를 적용한 소자의 발광 효율을 비교한 것이다. 도면 번호 71로 표시된 데이터 포인트는 도 1에 설명된 종래의 정제 장치를 통해 정제된 발광 재료가 적용된 예로서, 정제 회수가 증가할 수록 발광 효율이 큰 것을 알 수 있다. 또한 도면 번호 73으로 표시된 데이터 포인트는 도 3에 도시된 본 발명의 제 1 실시예에 따른 장치를 이용하여 제 1 및 제 2 가열기(34a, 34b)만을 작동시켜서 제 3 구간(C)에서 회수한 정제 물질을 적용한 예를 나타내며, 모든 가열기(34a, 34b, 34c, 34d)를 작동시켜서 제 5 구간(E)에서 회수한 정제 물질을 적용한 예는 도면번호 74로 표시된 데이터 포인트로 나타냈다. 도면을 통해서 알 수 있듯이 어느 경우에나 본 발명의 제 1 실시예에 따른 장치를 이용하여 정제된 물질이 발광 효율이 큰 것을 알 수 있다.

[0067] 도 11은 실제 유기 전계 발광 소자의 생산 공정에 도 1에 도시된 종래의 장치 및 도 3에 도시된 본 발명의 제 1 실시예에 따른 장치를 각각 사용한 경우의 정제 회수에 대한 회수량을 나타낸 도면이다.

[0068] 도면에서, 도면 번호 91로 표시된 데이터 포인트는 도 1의 장치를 이용한 경우의 회수량을 나타내고, 도면 번호 92 및 93으로 표시된 데이터 포인트는 도 3에 도시된 본 발명의 장치를 이용하여 제 3 구간(C) 및 제 5 구간(E)으로부터 각각 회수한 정제 물질의 회수량을 나타낸다. 도면으로부터 명확히 알 수 있는 바와 같이, 20g의

정제 대상 물질을 정제한 결과 기준의 방법으로는 4 회 반복의 정제시에 17.2g (투입량 대비 86%)를 회수하는데 그친 반면에, 본 발명의 제 1 실시예에 따른 장치 및 방법을 사용할 경우에는 대략 18.6g (투입량 대비 93%)를 회수하여 정제효율이 기존의 방법에 비하여 향상되었다. 정제 대상 물질인 유기 전계 발광 재료를 공급하는 제 조사에서 순도 95%를 보장한다는 점을 감안하면, 새로운 정제법은 순수한 물질의 거의 전량을 완벽하게 회수할 수 있음을 알 수 있다.

[0069] 도 12는 도 1에 도시된 종래의 장치, 본 발명의 제 1, 제 2 실시예에 따른 장치를 각각 사용한 경우의 소요시간을 나타내는 그래프이다.

[0070] 도시되어 있는 바와 같이, 종래의 장치를 이용하는 경우, 정제 대상 물질의 투입(1 시간), 가열(3 시간), 가열 유지(6 시간), 냉각(3 시간), 회수 및 세정(1 시간), 정제 대상 물질의 재 투입등의 과정을 거치는데 1 회 정제에 있어서 약 14 시간이 소요되며, 이러한 과정을 4 회 반복하는데 56 시간이 소요된다. 이에 반하여, 도 3에 도시된 본 발명의 제 1 실시예에 따른 장치를 이용할 경우, 시료 투입(1시간), 가열(3시간), 가열 유지 총 24 시간(6시간 × 4 회), 냉각(3시간), 회수 및 세정(1시간)등 모두 32 시간이 소요된다는 것을 알 수 있다. 본 발명의 제 2 실시예에 따른 도 6의 장치를 이용할 경우, 정제 대상 물질의 투입(1시간), 가열(3시간), 가열유지 시간 총 16시간(4시간 × 4회), 냉각(3시간), 회수 및 세정(1시간)등 모두 24시간이 소요된다는 것을 알 수 있다.

[0071] 본 발명은 첨부된 도면에 도시된 일 실시예를 참고로 설명되었으나, 당해 분야의 통상의 지식을 가진 자들은 이로부터 다양한 변형 및 균등한 타 실시예가 가능하다는 점을 이해할 것이다. 특히, 본 발명은 유기 전계 발광 재료의 정제에 대해서만 설명되었으나, 승화 정제 방법을 사용하는 모든 여타의 물질에 대해서도 적용 가능하다는 점이 이해되어야 한다. 따라서 본 발명의 진정한 범위는 첨부된 청구 범위에 의해서만 한정되어야 한다.

발명의 효과

[0072] 본 발명에 따른 유기 전계 발광 재료의 정제 장치 및 방법은 기존의 정제 장치 및 방법에 비해서 발광 재료의 발광 효율 및 정제 효율이 우수하고, 동일한 양에 대해서 정제 시간이 단축되고, 동일한 시간에 대해서 더 많은 양의 물질을 정제할 수 있는 장점이 있다. 여러 개의 프로세스로 나누어짐으로써 하나의 프로세스와 비교하여 셀 안에서의 물질이 분산되어 있어 열전달에 유리하게 한다. 따라서 이러한 정제 장치 및 방법을 통해서 정제된 유기 전계 발광 재료를 구비한 유기 전계 발광 소자는 더욱 우수한 품질을 나타내고 대량 생산에서 이점을 나타낸다.

도면의 간단한 설명

[0001] 도 1은 종래의 유기 전계 발광 재료의 정제 장치의 개략도.

[0002] 도 2는 통상적인 셀에 대한 분해 사시도.

[0003] 도 3은 본 발명의 제 1 실시예에 따른 유기 전계 발광 재료의 정제 장치의 개략도.

[0004] 도 4a 및 도 4b는 각각 본 발명의 제 1 실시예에 따른 연결부재와 내부관의 결합관계를 설명하기 위한 도면 및 본 발명의 제 1 실시예에 따른 연결부재의 변형예인 연결부재와 내부관의 결합관계를 설명하기 위한 도면.

[0005] 도 5a 내지 도 5d는 각각 내부관의 각 구간에 대한 온도 분포를 나타내는 그래프.

[0006] 도 6은 본 발명의 제 2 실시예에 따른 유기 전계 발광 재료의 정제 장치의 개략도.

[0007] 도 7a 및 도 7b는 각각 본 발명의 제 2 실시예에 따른 연결부재와 내부관의 결합관계를 설명하기 위한 도면 및 본 발명의 제 2 실시예에 따른 연결부재의 변형예인 연결부재와 내부관의 결합관계를 설명하기 위한 도면.

[0008] 도 8a 및 도 8b는 각각 본 발명의 제 2 실시예에 따른 운송기체_공급부에 대한 정면도 및 측면도.

[0009] 도 9는 유기 전계 발광 소자에 대한 개략적인 단면도.

[0010] 도 10은 본 발명의 제 1 실시예에 따른 정제 장치 및 종래의 정제 장치를 이용하는 것에 의해 정제된 유기 전계 발광 소자의 발광 효율을 비교한 그래프.

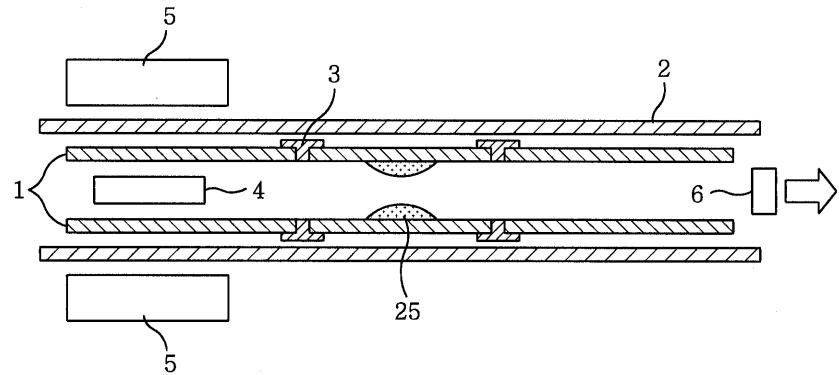
[0011] 도 11은 본 발명의 제 1 실시예에 따른 정제 장치 및 종래의 정제 장치를 이용하는 것에 의해 정제된 유기 전계 발광 소자의 정제 효율을 비교한 그래프.

[0012]

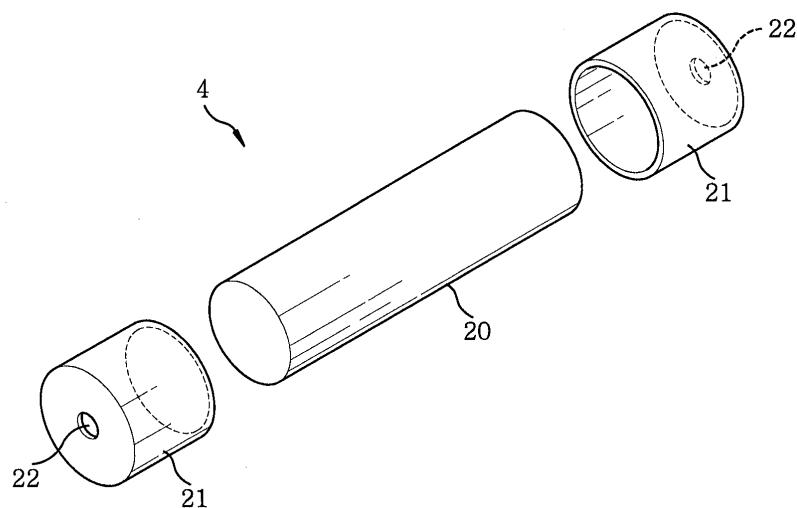
도 12는 본 발명의 제 1, 제 2 실시예에 따른 정제 장치 및 종래의 정제 장치를 이용한 경우의 정제 소요 시간을 비교하는 그래프.

도면

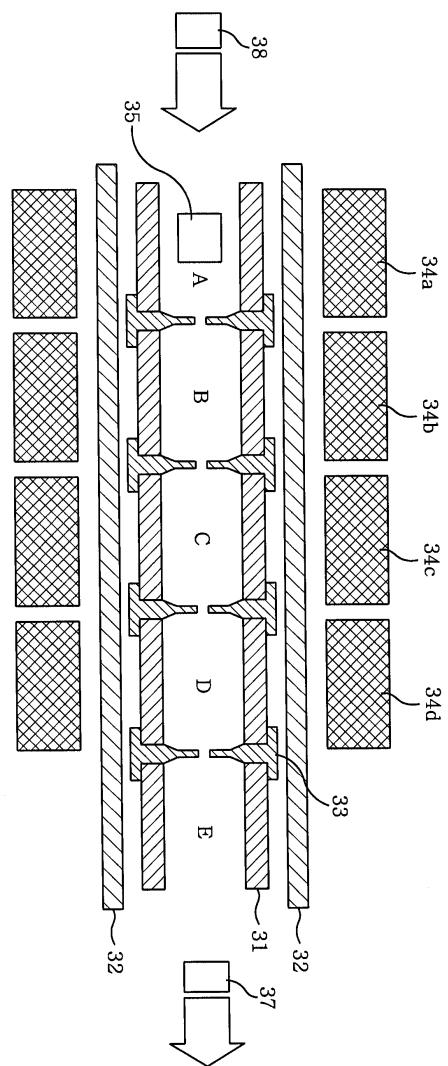
도면1



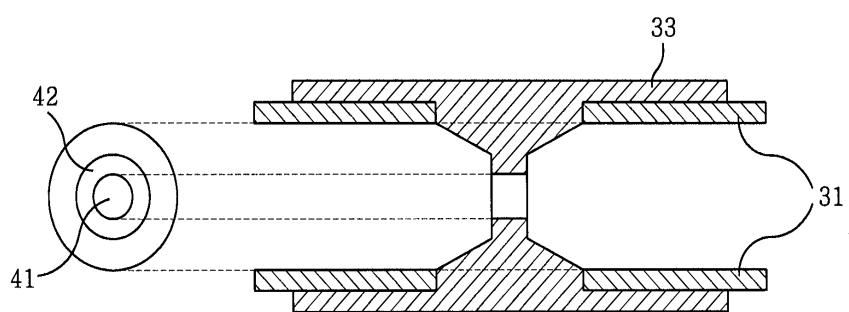
도면2



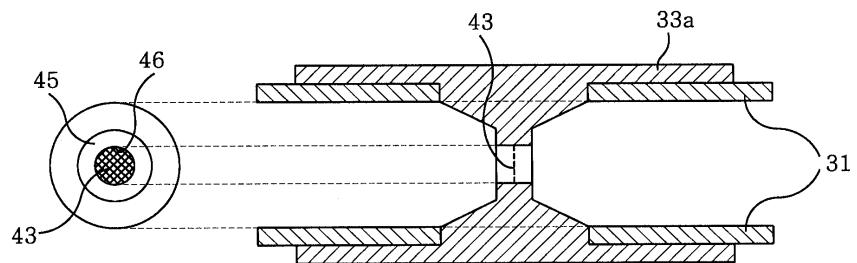
도면3



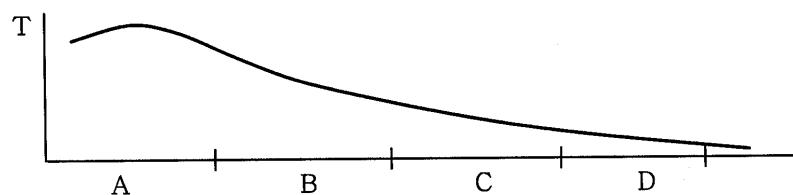
도면4a



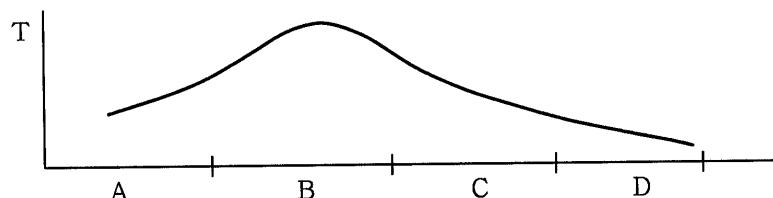
도면4b



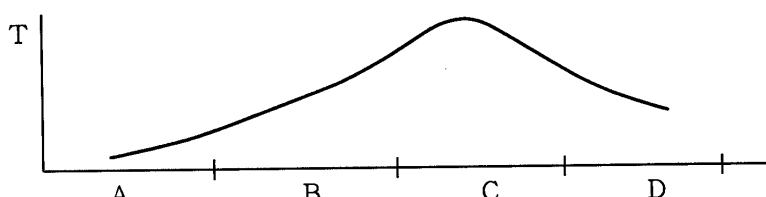
도면5a



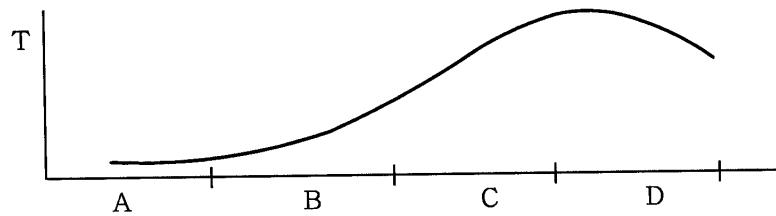
도면5b



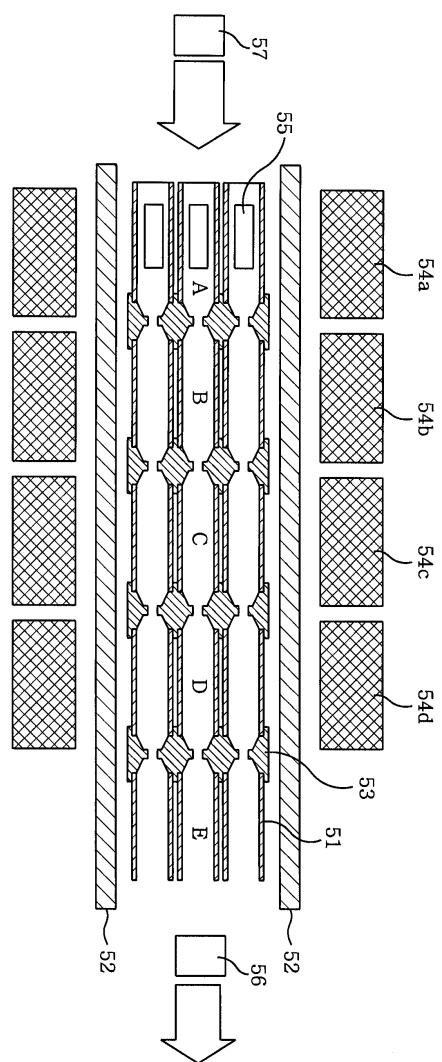
도면5c



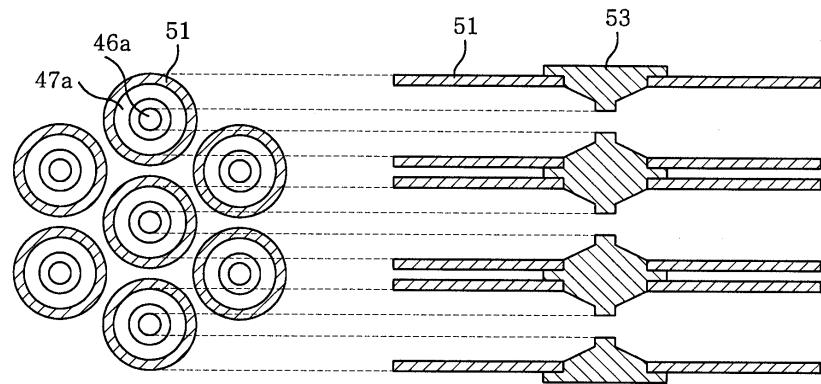
도면5d



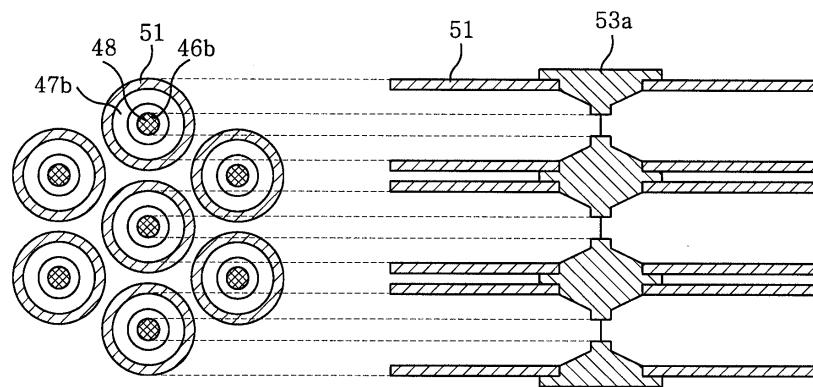
도면6



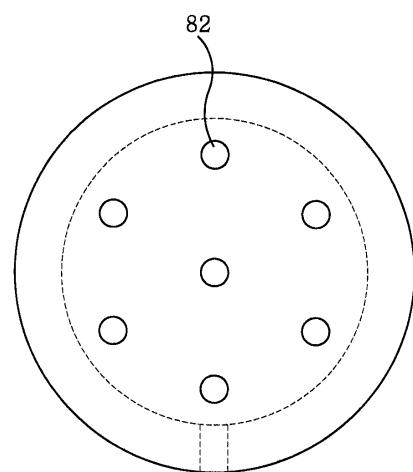
도면7a



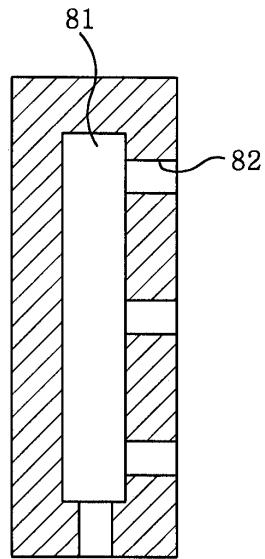
도면7b



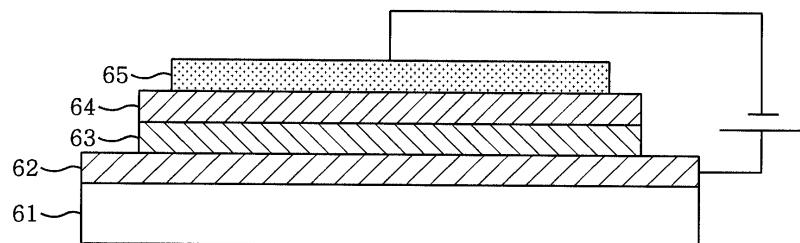
도면8a



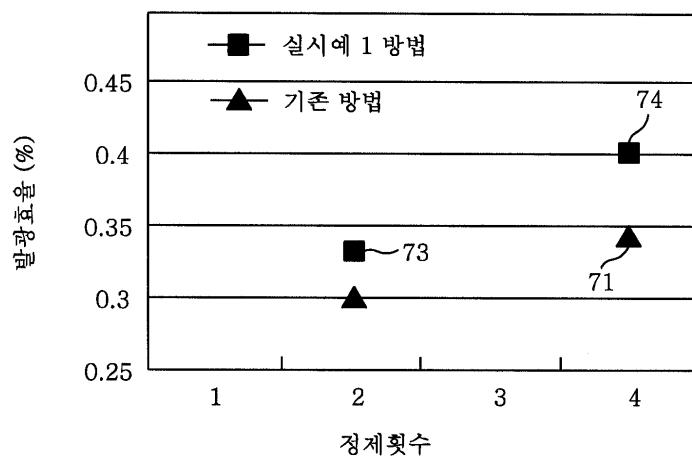
도면8b



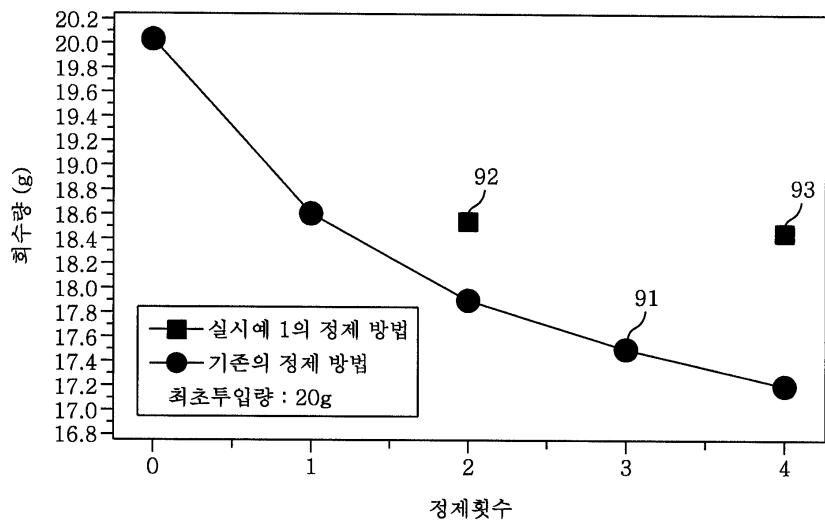
도면9



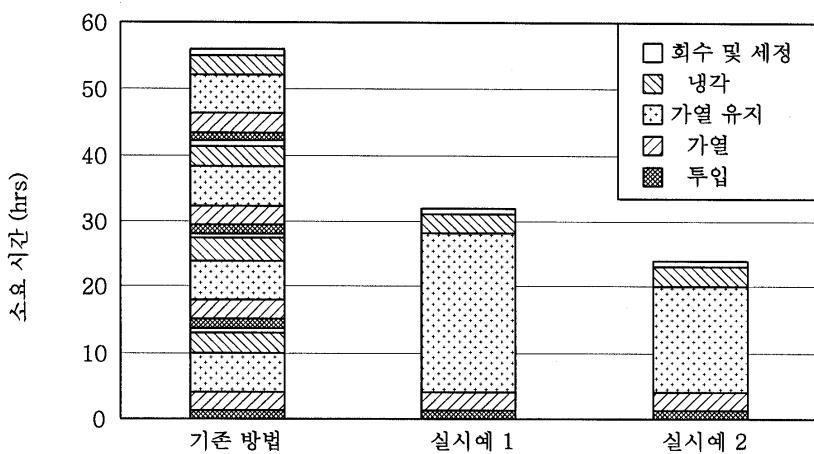
도면10



도면11



도면12



专利名称(译)	有机电致发光材料的净化装置和净化方法		
公开(公告)号	KR100959824B1	公开(公告)日	2010-05-28
申请号	KR1020020079681	申请日	2002-12-13
[标]申请(专利权)人(译)	SKC株式会社		
申请(专利权)人(译)	SK株式会社先生		
当前申请(专利权)人(译)	SK株式会社先生		
[标]发明人	SHIM HONGSHIK 심홍식 JANG MINSIK 장민식 BYUN KINAM 변기남 PARK SANGHOON 박상훈 SON JONGHOON 손종훈 KIM HYUNGMO 김형모		
发明人	심홍식 장민식 변기남 박상훈 손종훈 김형모		
IPC分类号	C09K11/06 B01D7/00 B01J3/00 C07B63/00 C07F5/06		
CPC分类号	B01D7/00		
代理人(译)	张居正 , KU SEONG KIM , WON JOON		
优先权	1020010079725 2001-12-15 KR		
其他公开文献	KR1020030051311A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

用于净化有机电致发光材料的装置包括：至少一个内管，其中待净化的物质设置在其一端；多个连接构件，用于将每个内管的内部部分成多个部分，在材料的升华点上方加热并且在内管的另一端设置真空泵，用于抽空每个内管。每个连接构件具有用于部分地封闭其两侧的隔板和孔，待升华的升华物质的气体通过该孔在隔板的大致中心处通过。

