



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2020년05월27일

(11) 등록번호 10-2116163

(24) 등록일자 2020년05월21일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C09K 11/06 (2006.01) C07D 209/82 (2006.01)
C07D 307/78 (2006.01) C07D 471/04 (2006.01)
C07F 13/00 (2006.01) H01L 51/50 (2006.01)
H05B 33/14 (2006.01)

(52) CPC특허분류

C09K 11/06 (2013.01)
C07D 209/82 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2016-0040270(분할)

(22) 출원일자 2016년04월01일

심사청구일자 2019년06월19일

(65) 공개번호 10-2016-0046322

(43) 공개일자 2016년04월28일

(62) 원출원 특허 10-2014-0075095

원출원일자 2014년06월19일

심사청구일자 2014년06월19일

(56) 선행기술조사문헌

KR101403470 B1*

KR1020060023965 A*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

(주) 에프엔지리서치

충청북도 청주시 흥덕구 강촌로 234 (서촌동)

(72) 발명자

구영삼

충청북도 청주시 흥덕구 대신로73번길 14 청주금호어울림아파트 101-2001

김정태

서울특별시 송파구 강동대로 300 기자촌 아파트 304-905

(74) 대리인

사광영

전체 청구항 수 : 총 7 항

심사관 : 지무근

(54) 발명의 명칭 유기전계발광 재료의 정제 방법

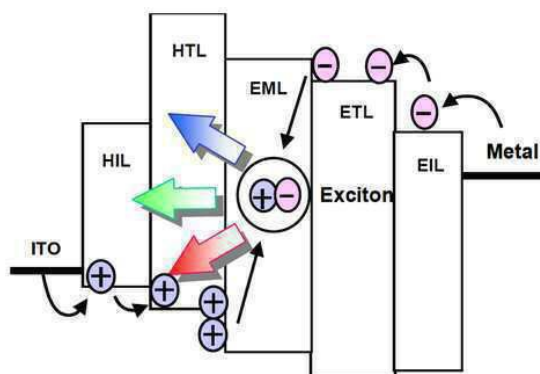
(57) 요약

본 발명은 증착공정 후 회수되는 미정제 유기전계발광 재료를 비극성 유기용매에 용해시킨 후 산 촉매 하에서 산화제로 산화 반응시키는 단계;

상기 반응액에 물을 넣고 교반, 정치하여 층분리시킨 후 수층을 제거하여 유기층을 분리하는 단계; 및

상기 유기층을 극성 유기용매에 넣고 재결정하여 유기전계발광 재료를 수득하는 단계를 포함하는, 유기전계발광 재료의 정제 방법을 제공한다.

대표도 - 도2



(52) CPC특허분류

C07D 307/78 (2013.01)

C07D 471/04 (2013.01)

C07F 13/00 (2013.01)

H01L 51/50 (2013.01)

H05B 33/14 (2013.01)

명세서

청구범위

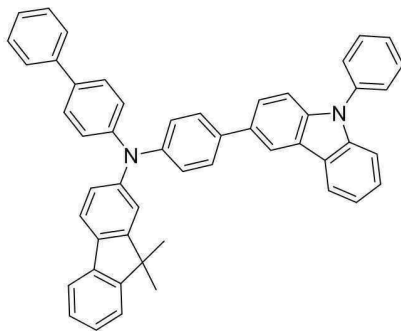
청구항 1

OLED 증착공정 후 회수되는 하기 화학식 1로 표시되는 미정제 유기전계발광 재료를 비극성 유기용매에 용해시킨 후 산 촉매 하에서 산화제로 산화 반응시키는 단계;

상기 반응액에 물을 넣고 교반, 정지하여 층분리시킨 후 수층을 제거하여 유기층을 분리하는 단계; 및

상기 유기층을 극성 유기용매에 넣고 재결정하여 유기전계발광 재료를 수득하는 단계를 포함하는, 유기전계발광 재료의 정제 방법.

[화학식 1]



청구항 2

삭제

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 산화 반응에서 산화제는 과산화수소(Hydrogen peroxide), 과산화벤조일(Benzoyl peroxide), 과초산(Peracetic acid), 과포름산(Performic acid), 과벤조산(Perbenzoic acid), 차염소산나트륨(NaOCl), 과망간산칼륨(KMnO_4), 산화망간(MnO_2), 과황산칼륨($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$), 질산암모늄세륨(Ammonium cerium (IV) nitrate), 과산화이황산암모늄(Ammonium peroxydisulfate), *t*-부틸 하이드로퍼옥사이드(*tert*-Butylhydroperoxide), *t*-부틸 차아염소산염(*tert*-Butyl hypochlorite), 3산화크롬(CrO_3), 큐멘하이드로퍼옥사이드(Cumenehydroperoxide), 4산화오스뮴(OsO_4), 칼륨 모노퍼설페이트(KHSO_5), 과탄산나트륨(Sodium percarbonate), 과산화납(PbO_2), 차염소산나트륨(NaClO(aq)), 과산화이황산암모늄($(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$) 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는, 유기전계발광 재료의 정제 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 산화 반응에서 비극성 유기용매는 톨루엔, 자일렌, 벤젠, 사이클로헥산, 헵탄, 아이소옥탄 및 데칸에서 선택된 1종인 것을 특징으로 하는, 유기전계발광 재료의 정제 방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 극성 유기용매는 부틸 아세테이트, 에틸 아세테이트 또는 아세토니트릴 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는, 유기전계발광 재료의 정제 방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 재결정화 단계 후에 수득된 고체를 아세트산에 넣고 100℃ 이상에서 교반하여 흰색 고체를 수득하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는, 유기전계발광 재료의 정제 방법.

청구항 7

제1항 또는 제6항에 있어서,

상기 수득된 고체를 톨루엔/아세트산 혼합용매에 넣고 환류하고, 냉각, 여과하여 백색 고체를 수득하는 단계를 더 포함하는, 유기전계발광 재료의 정제 방법.

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 수득된 고체를 메탄올 또는 에탄올에 넣고 환류하고, 냉각, 여과하여 백색 고체를 수득하는 단계를 더 포함하는, 유기전계발광 재료의 정제 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 유기전계발광 소자(Organic Electroluminescent Device)의 제조에 이용되는 유기화합물 형태의 유기전계발광 재료를 정제 방법에 관한 것으로, 보다 상세히는 증착공정 후 회수되는 불순물이 다량 함유된 미정제 유기전계발광 재료를 재사용이 가능하도록 고순도로 정제하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 유기전계발광 소자는 형광성 유기 화합물에 전류가 흐르면 스스로 빛을 내는 자체 발광형 유기소자로서, 유기발광다이오드(Organic Light Emitting Diodes, OLED)로도 지칭된다. OLED는 종래 디스플레이 소자인 LCD나 PDP에 비해 화질, 반응속도(응답속도), 휘도, 시야각, 콘트라스트, 소비전력 등의 제반 물성이 매우 뛰어나 차세대 디스플레이 소자로 주목되고 있다.

[0004] 오늘날 유기전계발광 소자는 도 1 및 도 2에서와 같은 다층 구조로 정립되어 있다. 유기전계발광 소자는 음극(Cathode), 전자주입층(Electron Injection Layer; EIL), 전자수송층(Electron Transfer Layer; ETL), 발광층(Emission Material Layer; EML), 정공수송층(Hole Transfer Layer; HTL), 정공주입층(Hole Injection Layer; HIL), 양극(Anode), 투명기판(Glass)으로 구성된다. 전원이 공급되면 음극(Cathode)에서는 전자(-)가 전자수송층(Electron Transfer Layer; ETL)의 도움으로 유기물질인 발광층(Emission Material Layer; EML)으로 이동하고, 양극(Anode)에서는 정공(+)이 정공수송층(Hole Transfer Layer; HTL)의 도움으로 발광층(Emission Material Layer; EML)으로 이동하게 되어 발광층에서 만난 전자와 정공이 재결합하면서 여기자(exciton)를 형성하고 여기자가 기저상태(ground state)로 전이하면서 방출되는 에너지는 특정 파장의 빛으로 전환되어 발광된다.

[0005] 유기전계발광 소자의 이러한 각 층(layer)은 주로 방향족 유기화합물로 이루어지는 데, 이들 유기화합물은 투입되는 양의 약 10% 정도만 고온의 증착공정을 통해 승화되어 기판에 박막층을 형성되고 나머지는 고체 덩어리 형태로 회수된다.

[0006] 유기전계발광 소자에 사용되는 재료 즉, 유기전계발광 재료들은 불량률을 낮추기 위해서는 순도가 높아야 하며, 고온에서 증착되므로 높은 열안정성을 가져야 한다. 그러나, 방향족 유기화합물로 구성된 유기전계발광 재료들은 증착공정이 250℃ 이상의 고온에서 장시간 이루어지므로 열분해에 의해 유기화합물의 구조가 깨지거나 변성되어 공정후에는 재료의 순도는 90% 초중반으로 현저히 떨어지게 되는 데 이러한 순도로는 재사용이 불가하다.

[0007] 현재 유기전계발광 재료의 가격은 매우 높아 증착후 회수되는 유기전계발광 재료를 고순도로 정제하여 재사용하고자 하는 노력이 진행 중이다.

[0008] 대한민국 등록특허 제10-1268916호는 증착공정 후 회수되는 미정제 유기전계발광 재료(HT-211, LG201, LiQ, GRH016 등)를 정제하기 위하여 흡착 수지를 이용한 컬럼 크로마토그래피 방법을 개시하고 있다. 그러나 상기 방법은 지나치게 많은 용제(400 volume)를 사용하는 단점이 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

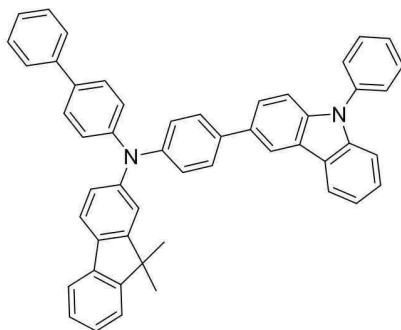
[0010] 본 발명은 증착공정 후 회수되는 불순물이 함유된 유기전계 발광재료를 보다 용이한 방법으로 고순도로 정제하는 방법을 제공하는 데 목적이 있다.

과제의 해결 수단

[0012] 본 발명은 증착공정 후 회수되는 미정제 유기전계발광 재료를 비극성 유기용매에 용해시킨 후 산 촉매 하에서 산화제로 산화 반응시키는 단계; 상기 반응액에 물을 넣고 교반, 정치하여 층분리시킨 후 수층을 제거하여 유기층을 분리하는 단계; 및 상기 유기층을 극성 유기용매에 넣고 재결정하여 유기전계발광 재료를 수득하는 단계를 포함하는 유기전계발광 재료 정제 방법을 제공한다.

[0013] 상기 유기전계발광 재료는 방향족 유기화합물이고, 하기 화학식 1로 표시되는 화합물인 것이 바람직하다.

[0014] [화학식 1]



[0015]

[0016] 상기 산화 반응에서 유기용매는 미정제 유기전계발광 재료를 용해시키기 위한 것으로 톨루엔, 자일렌, 벤젠, 사이클로헥산, 헵탄, 아이소옥탄 및 데칸등 비극성 유기용매에서 선택되는 것이 바람직하다.

[0017] 상기 산화 반응에서 산화제는 과산화수소(Hydrogen peroxide), 과산화벤조일(Benzoyl peroxide), 과초산(Peracetic acid), 과포름산(Performic acid), 과벤조산(Perbenzoic acid), 차염소산나트륨(NaOCl), 과망간산칼륨(KMnO₄), 산화망간(MnO₂), 과황산칼륨(K₂S₂O₈), 질산암모늄세륨(Ammonium cerium (IV) nitrate), 과산화이황산암모늄(Ammonium peroxydisulfate), *t*-부틸 하이드로퍼옥사이드(*tert*-Butylhydroperoxide), *t*-부틸 차아염소산염(*tert*-Butyl hypochlorite), 3산화크롬(CrO₃), 큐멘하이드로퍼옥사이드(Cumenehydroperoxide), 4산화오스뮴(OsO₄), 칼륨 모노퍼설페이트(KHSO₅), 과탄산나트륨(Sodium percarbonate), 과산화납(PbO₂), 차염소산나트륨(NaClO(aq)), 과산화이황산암모늄((NH₄)₂S₂O₈)인 것이 바람직하다.

[0018] 상기 산 촉매는 포름산, 아세트산과 같은 카르복실산 또는 벤조산과 같은 방향족 카르복실산이 바람직하다.

[0019] 상기 극성 유기용매는 부틸 아세테이트, 에틸 아세테이트 또는 아세토니트릴 중에서 선택되는 것이 바람직하다.

[0020] 본 발명의 유기전계발광 재료 정제 방법은 상기 재결정화 단계 후에 수득된 고체를 아세트산에 넣고 100℃ 이상에서 교반하여 흰색 고체를 수득하는 단계를 더 포함하여 이루어질 수 있다.

- [0021] 또한 본 발명의 유기전계발광 재료 정제 방법은 상기 재결정화 단계 후에 수득된 고체를 톨루엔/아세트산 혼합 용매에 넣고 환류하여 실온으로 냉각, 여과하여 백색 고체를 수득하는 단계를 더 포함하여 이루어질 수 있다.
- [0022] 또한 본 발명의 유기전계발광 재료 정제 방법은 상기 재결정화 단계 후에 수득된 고체를 메탄올 또는 에탄올 등의 알코올류에 넣고 환류하고, 실온으로 냉각, 여과하여 백색 고체를 수득하는 단계를 더 포함하여 이루어질 수 있다.
- [0023] 상기 재결정화 방법은 개별적 또는 순차적으로 중복하여 실시될 수 있다.

발명의 효과

- [0025] 본 발명에 따른 유기전계발광 재료의 정제 방법은 산화 반응을 통하여 불순물의 극성을 증대시켜 비극성을 띠는 순수 유기전계발광 재료와 분리, 재결정시켜 정제함으로써 비교적 간단한 방법으로 고순도의 유기전계발광 재료를 정제하는 효과를 제공한다.

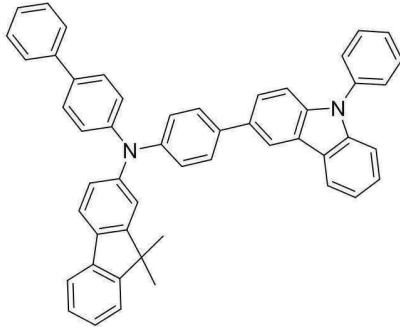
도면의 간단한 설명

- [0027] 도 1은 유기전계발광 소자의 다층 구조를 나타낸 모식도이다.
- 도 2는 유기전계발광 소자의 발광 원리를 나타낸 모식도이다.
- 도 3은 증착공정 후 회수된 화학식 1의 정공수송층 물질 HT-211의 순도를 측정한 고속 액체 크로마토그래피(HPLC) 데이터이다(순도 94.24%).
- 도 4는 회수된 정공수송층 물질 HT-211을 과아세트산으로 산화시켜 수득된 정공수송층 물질 HT-211의 HPLC 데이터이다(실시예 1, 순도 97.67%).
- 도 5는 실시예 1에서 얻어진 정공수송층 물질 HT-211을 극성 용매인 부틸 아세테이트로 재결정화시켜 수득된 정공수송층 물질 HT-211을 측정한 HPLC 데이터이다(실시예 2, 순도 99.00%).
- 도 6은 상기 실시예 2에서 얻어진 정공수송층 물질 HT-211을 아세트산으로 재결정화시켜 수득된 정공수송층 물질 HT-211을 측정한 HPLC 데이터이다(실시예 3, 순도 99.85%).
- 도 7은 상기 실시예 3에서 얻어진 정공수송층 물질 HT-211을 톨루엔/아세톤 혼합용매으로 재결정화시켜 수득된 정공수송층 물질 HT-211을 측정한 HPLC 데이터이다(실시예 4, 순도 99.91%).
- 도 8은 상기 실시예 4에서 얻어진 정공수송층 물질 HT-211을 메탄올로 재결정화시켜 수득된 정공수송층 물질 HT-211을 측정한 HPLC 데이터이다(실시예 5, 순도 99.98%).

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0028] 본 발명에 있어서, "유기전계발광 재료"는 유기전계발광 소자를 이루는 전자주입층(EIL), 전자수송층(ETL), 발광층(EML), 정공수송층(HTL), 정공주입층(HIL)의 증착 재료로 이용되는 방향족 유기화합물을 의미한다.
- [0029] 본 발명에 있어서 "미정제 유기전계발광 재료"는 유기전계발광 재료의 증착공정후 회수되는 불순물이 다량 함유된 유기전계발광 재료를 의미한다.
- [0030] 본 발명자들은 증착 공정후 다량 발생되는 유기전계발광 재료, 특히 하기 화학식 1로 표시되는 화합물 HT-211(명명법: N-[1,1'-Diphenyl]-4-yl-9,9-dimethyl-N-[4-(9-phenyl-9H-carbazol-3-yl)phenyl]-9H-fluoren-2-amine, 이하 '화합물 HT-211')을 재사용하기 위하여 상기 재료를 고순도로 정제하는 방법에 대해 많은 연구를 진행하였다.

[0031] [화학식 1]



[0032]

[0033] 상기 화합물 HT-211은 정공수송층(HTL)로 이용되는 유기전계발광 재료로서, 방향족 아민화합물인 데, 정공수송층 재료 대부분은 이러한 방향족 아민화합물의 구조를 가진다.

[0034] 본 발명자들은 미정제 화합물 HT-211의 정제 방법을 개발하는데 있어 두가지 관점에서 접근하여 본 발명을 완성하였다.

[0035] 하나는 화합물 HT-211의 증착 후 열분해 산물의 정확한 구조는 알려지지 않았으나 순수한 화합물 HT-211의 구조에서 열분해가 된다면 이는 방향족성(aromaticity)이 깨진 것이므로 산화 반응에 민감할 것이고, 또 하나는 미정제 화합물 HT-211의 용점이 화합물 HT-211 순수물에 비해 낮다는 데 주목하였다.

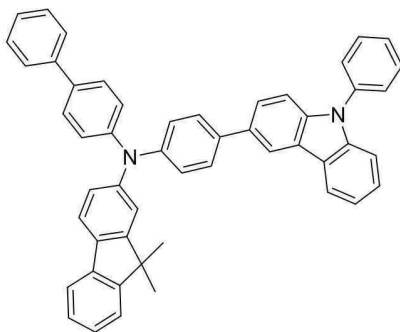
[0036] 본 발명자들은 증착공정 후 회수된 미정제 화합물 HT-211을 산화 반응시킨 결과 열분해 산물의 일부가 쉽게 산화되어 극성이 증가된 물질로 변환됨이 관찰되었다. 화합물 HT-211 자체는 비극성의 유기물인 반면, 열분해 산물은 산화 반응으로 극성을 띠므로 물에 용해시켜 비극성의 화합물 HT-211 유기층을 충분히 분리시키는 비교적 간단한 방법으로 미정제 유기전계발광 재료를 정제하는 방법을 개발하였다.

[0037] 또한, 불순물이 포함되면 일반적으로 용점이 낮아지나 미정제 화합물 HT-211의 경우 불순물 함량 대비 지나치게 낮은 용점을 나타내었다. 이는 불순물인 열분해 산물이 낮은 용점을 가지는 것에 기인한 것이라 예측하여, 비등점이 높으며 적당한 크기의 극성을 나타내는 용매를 사용하여 재결정을 시도한 결과 순도가 증가되는 것을 확인하였다.

[0038] 본 발명은 유기전계 발광재료의 증착공정 후 회수되는 미정제 유기전계발광 재료를 비극성 유기용매에 용해시킨 후 산 촉매 하에서 산화제로 산화 반응시키는 단계; 상기 반응액의 수층을 제거하여 유기층을 분리하는 단계; 및 상기 유기층을 극성 유기용매에 넣고 재결정하여 유기전계발광 재료를 수득하는 단계를 포함하는, 유기전계 발광 재료의 정제 방법을 제공한다.

[0039] 상기 유기전계발광 재료는 공지의 방향족 유기화합물을 가지는 유기전계발광 재료이면 가능하다. 상기 유기전계 발광 재료는 하기 화학식 1(명명법: N-[1,1'-Diphenyl]-4-yl-9,9-dimethyl-N-[4-(9-phenyl-9H-carbazol-3-yl)phenyl]-9H-fluorene-2-amine)로 표시되는 화합물인 것이 바람직하다.

[0040] [화학식 1]



[0041]

[0042] 본 발명의 유기전계발광 재료는 비극성 유기화합물이고, 고체이다. 본 발명의 미정제 유기전계발광 재료는 증착 공정후 회수되는 물질로서 불순물인 열분해 산물을 포함한다.

[0043] 상기 회수된 미정제 유기전계발광 재료는 고체 덩어리이므로 분쇄하여 톨루엔, 자일렌, 벤젠, 사이클로헥산, 헵

탄, 아이소옥탄 및 데칸 등과 같은 비극성 용매에 용해시킨다.

[0044] 미정제 유기전계발광 재료 용액에 산 촉매 하에서 산화제로 산화 반응시킨다. 상기 산화제는 과산화수소(Hydrogen peroxide), 과산화벤조일(Benzoyl peroxide), 과초산(Peracetic acid), 과포름산(Performic acid), 과벤조산(Perbenzoic acid), 차염소산나트륨(NaOCl), 과망간산칼륨(KMnO_4), 산화망간(MnO_2), 과황산칼륨($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$), 질산암모늄세륨(Ammonium cerium (IV) nitrate), 과산화이황산암모늄(Ammonium peroxydisulfate), *t*-부틸 하이드로퍼옥사이드(*tert*-Butylhydroperoxide), *t*-부틸 차아염소산염(*tert*-Butyl hypochlorite), 3산화크롬(CrO_3), 큐멘하이드로퍼옥사이드(Cumenehydroperoxide), 4산화오스mium(OsO_4), 칼륨 모노퍼설페이트(KHSO_5), 과탄산나트륨(Sodium percarbonate), 과산화납(PbO_2), 차염소산나트륨($\text{NaClO}(\text{aq})$), 과산화이황산암모늄($(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$)인 것이 바람직하나, 이에 한정되지는 않는다.

[0045] 상기 산 촉매는 포름산, 아세트산 등의 카르복실산 또는 벤조산 등의 방향족 카르복실산이 유용하게 이용될 있으나 이에 한정되지는 않는다.

[0046] 상기 산화 반응을 거친 미정제 유기전계발광 재료 용액은 비극성의 유기전계발광 재료 화합물과, 산화로 극성이 증가된 열분해 산물(불순물)을 포함한다.

[0047] 상기 산화 반응을 거친 용액에 물을 넣고 혼합하면 열분해 산물은 물에 용해되는 반면, 순수 유기전계발광 재료는 유기층을 형성하므로 서로 층분리한 다음, 황산마그네슘 등으로 수분을 제거하면 오일층의 잔사(유기층)이 수득된다.

[0048] 상기 오일층의 잔사를 극성 유기용매에 넣어 혼합하면 순수 유기전계발광 재료는 재결정되어 여과하면 정제된 고체가 수득된다. 상기 극성 유기용매로는 부틸 아세테이트, 에틸 아세테이트 또는 아세토니트릴 중에서 선택되는 것이 바람직하다. 상기 재결정화 단계를 통해 수득된 유기전계발광 재료는 미정제 재료에 비해 매우 높은 순도를 가지게 된다.

[0049] 한편, 본 발명은 상기 재결정화 단계로 수득된 유기전계발광 재료를 아세트산에 넣고 100℃ 이상에서 교반하여 다시 재결정함으로써 더욱 높은 순도의 유기전계발광 재료를 얻을 수 있다.

[0050] 또한, 상기 수득된 유기전계발광 재료를 톨루엔/아세트산 혼합용매에 넣고 환류하여 실온으로 냉각, 여과하면 더욱 높은 순도의 유기전계발광 재료를 얻을 수 있다.

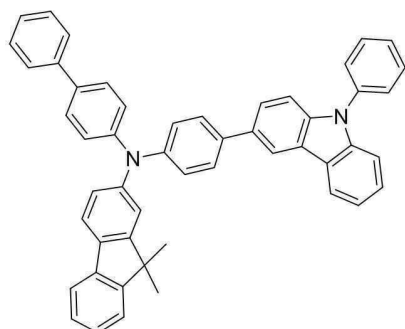
[0051] 또한, 상기 수득된 유기전계발광 재료를 메탄올 또는 에탄올 등의 알코올류에 넣고 환류하고, 실온으로 냉각, 여과하면 더욱 높은 순도의 유기전계발광 재료를 얻을 수 있다.

[0052] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 상세히 설명한다.

[0054] 사전 준비

[0055] OLED 제조사로부터 증착 공정 후에 회수된 하기 화학식 1의 미정제 정공수송층 물질 HT-211를 제공받아 순도를 확인하기 위하여 HPLC를 실시하였다.

[0056] [화학식 1]



[0057]

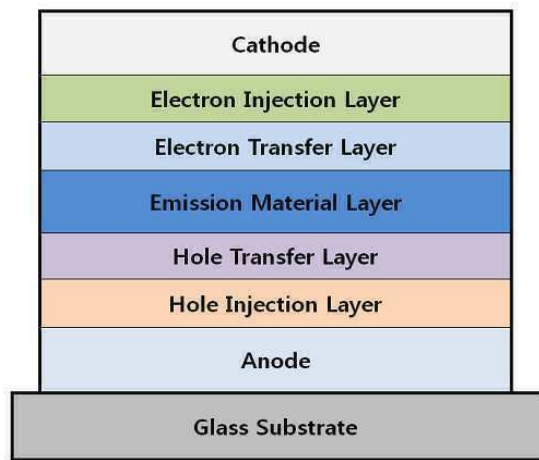
[0058] 미정제 정공수송층 물질 HT-211은 고체 덩어리 형태를 띠므로, 분쇄하여 실험하였으며, 고속 액체크로마토그래피(HPLC)의 분석조건은 다음과 같다.

[0059] - 컬럼: ZORBAX Eclipse XDB-C18 5 μm , 4.6 X 150 (Agilent)

- [0060] - 컬럼온도: 40℃
- [0061] - 파장: 254nm
- [0062] - 유속: 1.0ml
- [0063] - 이동상: MeCN: MeOH =3:7
- [0064] - 시료 제조액: THF:MeCN=1:3 (v/v) 용액에 용해
- [0065] - 분석시간: 30분
- [0066] 도 3은 증착공정 후 회수된 미정제 화합물 HT-211의 HPLC 분석 그래프로서, 분석결과 HT-211 순도는 94.24%이었다.
- [0068] **실시예 1.**
- [0069] 상기 미정제된 HT-211 100g을 톨루엔 1000ml에 용해시킨 후 아세트산 100ml과 35% 과산화수소 100ml를 넣고 실온에서 24시간 교반하여 산화 반응시켰다.
- [0070] 상기 반응액에 정제수 300ml를 넣고 교반, 정지하여 층분리시킨 후, 수층을 제거하여 HT-211이 용해된 유기층을 수득하였다.
- [0071] 상기 수득된 유기층을 무수황산마그네슘을 사용하여 탈수시키고 농축하여 오일상의 잔사를 얻었다.
- [0073] *도 4는 실시예 1에서 얻어진 화합물 HT-211의 HPLC 분석 그래프로서, 분석결과 HT-211 순도는 97.67%이었다.
- [0075] **실시예 2.**
- [0076] 실시예 1에서 얻어진 잔사에 극성 용매인 부틸 아세테이트(Butyl acetate) 500ml를 넣고 80℃에서 12시간 동안 교반 후 냉각없이 여과하여 미백색 고체 85g을 얻었다.
- [0077] 도 5는 실시예 2에서 얻어진 화합물 HT-211 고체의 HPLC 분석 그래프로서, 분석결과 HT-211 순도는 99.00%이었다.
- [0079] **실시예 3.**
- [0080] 실시예 2에서 얻어진 미백색 고체를 아세트산 1500ml에 넣고 24시간 동안 110℃를 유지하며 교반하였다. 교반 도중 고체의 성상이 바뀔 수 있었다. 110℃에서 여과하여 백색 고체 81g을 얻었다.
- [0081] 도 6은 실시예 3에서 얻어진 화합물 HT-211 고체의 HPLC 분석 그래프로서, 분석결과 HT-211 순도는 99.85%이었다.
- [0083] **실시예 4.**
- [0084] 실시예 3에서 얻어진 백색 고체를 톨루엔 500ml와 아세톤 500ml의 혼합용매에 넣고 24시간 동안 환류하였다. 교반 도중 고체의 성상이 바뀔 수 있었다. 실온으로 냉각, 여과하여 백색 고체 74g을 얻었다.
- [0085] 도 7은 실시예 4에서 얻어진 화합물 HT-211 고체의 HPLC 분석 그래프로서, 분석결과 HT-211 순도는 99.91%이었다.
- [0087] **실시예 5.**
- [0088] 실시예 4에서 얻어진 백색 고체를 메탄올 1500ml에 넣고 24시간 동안 환류하였다. 실온으로 냉각, 여과하여 흰색의 고체 72g을 얻었다.
- [0089] 도 8은 실시예 5에서 얻어진 화합물 HT-211 고체의 HPLC 분석 그래프로서, 분석결과 HT-211 순도는 99.98%이었다.

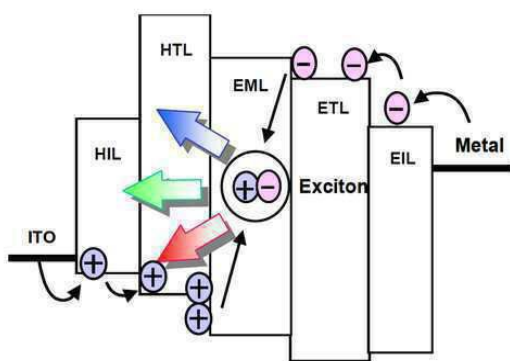
도면

도면1

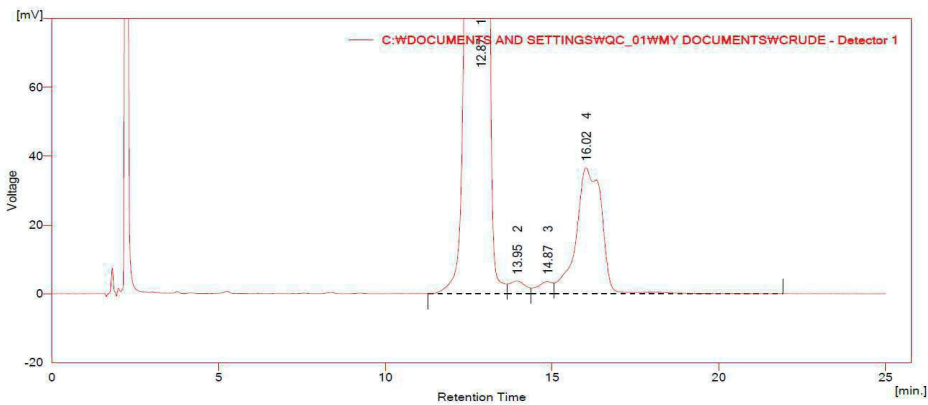


Organic Light Emitting Diodes

도면2



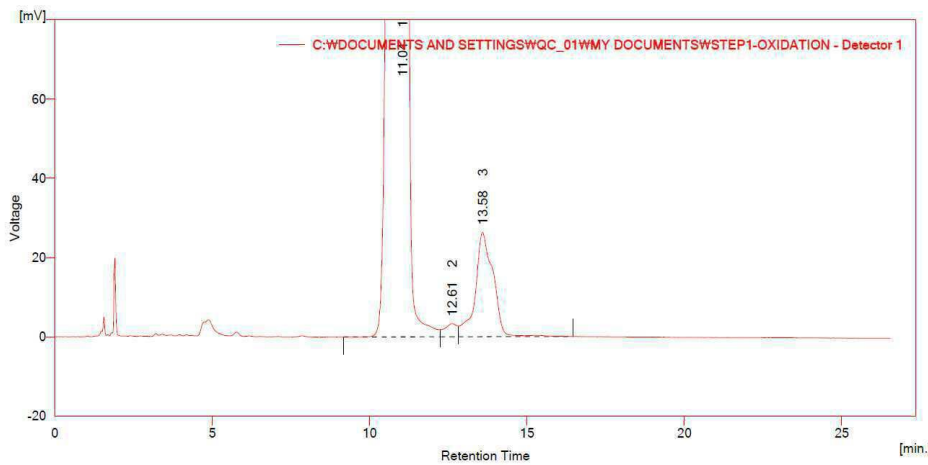
도면3



Result Table (Uncal - C:\DOCUMENTS AND SETTINGS\WQC_01\WMY DOCUMENTS\WCRUDE - Detector 1)

	Reten. Time [min]	Start Time [min]	End Time [min]	Start Value [mV]	End Value [mV]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]
1	12.870	11.287	13.650	0.001	0.000	36139.682	1395.219	94.244	96.955
2	13.953	13.650	14.367	0.000	0.000	124.585	3.660	0.325	0.254
3	14.870	14.367	15.063	0.000	0.000	113.634	3.549	0.296	0.247
4	16.020	15.063	21.927	0.000	-0.001	1969.178	36.612	5.135	2.544
Total		Total	Total	Total	Total	38347.079	1439.040	100.000	100.000

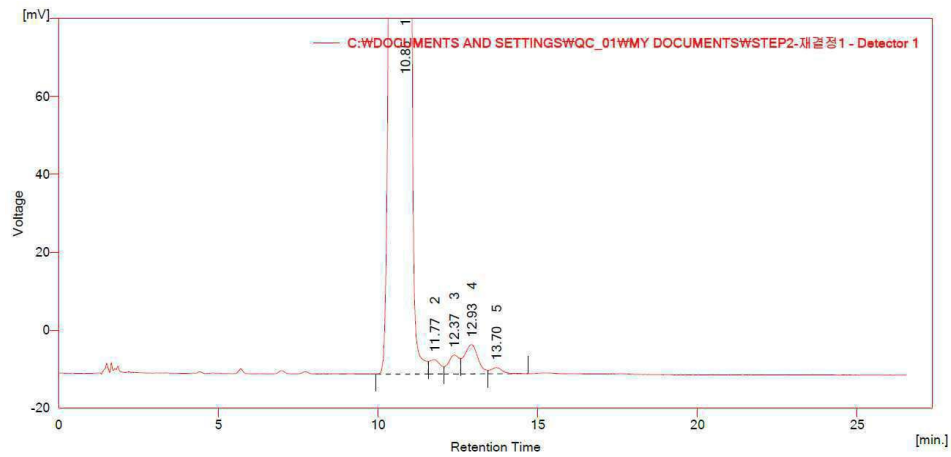
도면4



Result Table (Uncal - C:\DOCUMENTS AND SETTINGS\WQC_01\WMY DOCUMENTS\WSTEP1-OXIDATION - Detector 1)

	Reten. Time [min]	Start Time [min]	End Time [min]	Start Value [mV]	End Value [mV]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]
1	11.043	9.170	12.240	-0.064	-0.019	47650.758	1910.501	97.671	98.472
2	12.613	12.240	12.820	-0.019	-0.011	91.674	3.316	0.188	0.171
3	13.583	12.820	16.473	-0.011	0.043	1044.452	26.327	2.141	1.357
Total		Total	Total	Total	Total	48786.884	1940.145	100.000	100.000

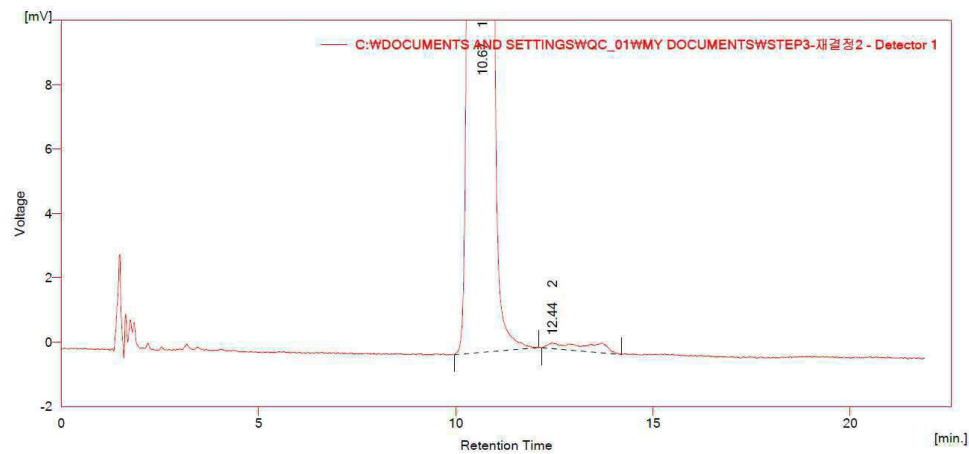
도면5



Result Table (Uncal - C:\DOCUMENTS AND SETTINGS\WQC_01\WMY DOCUMENTS\WSTEP2-재결정1 - Detector 1)

	Reten. Time [min]	Start Time [min]	End Time [min]	Start Value [mV]	End Value [mV]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]
1	10.850	9.937	11.567	-11.342	-11.299	46800.757	1937.322	99.001	99.097
2	11.767	11.567	12.053	-11.299	-11.286	88.640	3.691	0.188	0.189
3	12.373	12.053	12.587	-11.286	-11.272	117.986	4.867	0.250	0.249
4	12.927	12.587	13.437	-11.272	-11.249	224.355	7.512	0.475	0.384
5	13.700	13.437	14.700	-11.249	-11.216	41.158	1.577	0.087	0.081
Total	Total	Total	Total	Total	Total	47272.896	1954.970	100.000	100.000

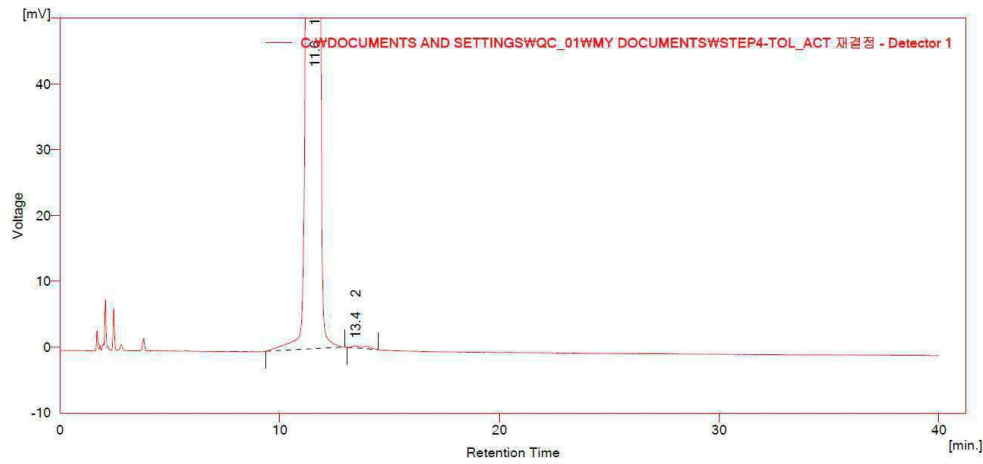
도면6



Result Table (Uncal - C:\DOCUMENTS AND SETTINGS\WQC_01\WMY DOCUMENTS\WSTEP3-재결정2 - Detector 1)

	Reten. Time [min]	Start Time [min]	End Time [min]	Start Value [mV]	End Value [mV]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]
1	10.673	9.960	12.100	-0.389	-0.170	13106.550	716.637	99.857	99.974
2	12.443	12.183	14.210	-0.172	-0.386	18.735	0.184	0.143	0.026
Total	Total	Total	Total	Total	Total	13125.285	716.821	100.000	100.000

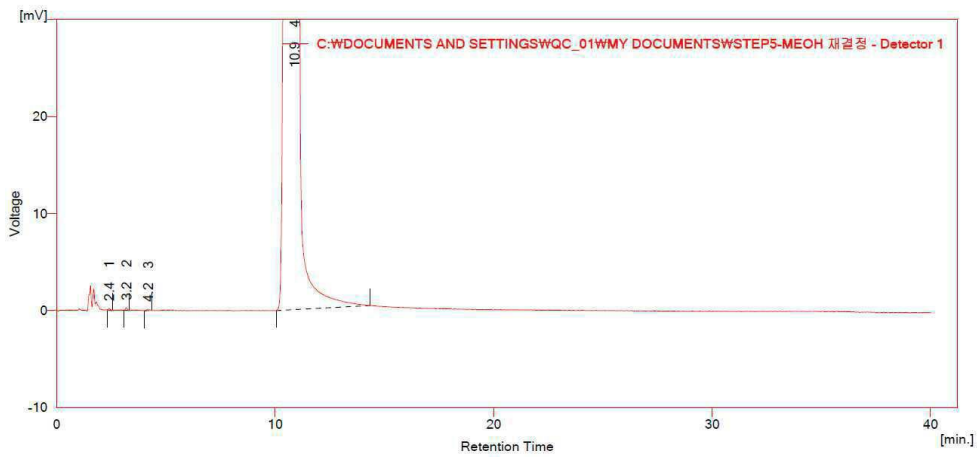
도면7



Result Table (Uncal - C:\DOCUMENTS AND SETTINGS\WQC_01\WMY DOCUMENTS\WSTEP4-TOL_ACT 재결정 - Detector 1)

	Reten. Time [min]	Start Time [min]	End Time [min]	Start Value [mV]	End Value [mV]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]
1	11.583	9.370	12.970	-0.632	0.014	19451.994	834.220	99.910	99.964
2	13.443	13.067	14.493	-0.034	-0.404	17.451	0.302	0.090	0.036
	Total	Total	Total	Total	Total	19469.444	834.522	100.000	100.000

도면8



Result Table (Uncal - C:\DOCUMENTS AND SETTINGS\WQC_01\WMY DOCUMENTS\WSTEP5-MEOH 재결정 - Detector 1)

	Reten. Time [min]	Start Time [min]	End Time [min]	Start Value [mV]	End Value [mV]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]
1	2.393	2.310	2.547	0.046	0.002	1.140	0.197	0.003	0.011
2	3.183	3.067	3.323	0.020	0.002	1.694	0.272	0.004	0.015
3	4.170	4.007	4.340	-0.024	-0.006	1.373	0.163	0.004	0.009
4	10.887	10.043	14.330	-0.010	0.514	39102.686	1800.682	99.989	99.965
	Total	Total	Total	Total	Total	39106.893	1801.314	100.000	100.000

专利名称(译)	有机电致发光材料的纯化方法		
公开(公告)号	KR102116163B1	公开(公告)日	2020-05-27
申请号	KR1020160040270	申请日	2016-04-01
[标]申请(专利权)人(译)	FNG研究有限公司		
申请(专利权)人(译)	(株)对地理的影响.		
当前申请(专利权)人(译)	(株)对地理的影响.		
[标]发明人	구영삼 김정태		
发明人	구영삼 김정태		
IPC分类号	C09K11/06 C07D209/82 C07D307/78 C07D471/04 C07F13/00 H01L51/50 H05B33/14		
CPC分类号	C09K11/06 C07D209/82 C07D307/78 C07D471/04 C07F13/00 H01L51/50 H05B33/14		
审查员(译)	如何空穴来风		
其他公开文献	KR1020160046322A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明提供了一种纯化有机电致发光材料的方法,该方法包括以下步骤:将在沉积过程之后收集的未纯化的有机电致发光材料溶解在非极性有机溶剂中,并用氧化剂将其氧化。酸催化剂的存在;将水倒入反应溶液中,搅拌并使其分层,然后除去水层以分离出有机层。通过将有机层输入到极性有机溶剂中并使之重结晶来获得有机电致发光材料。本发明的目的是提供一种以杂质纯化有机电致发光材料的简便方法,该杂质在沉积工艺之后被收集,具有高纯度。

