

(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl. ⁷ C09K 11/06	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2005년07월01일 10-0497448 2005년06월16일
--	-------------------------------------	--

(21) 출원번호 (22) 출원일자	10-2002-0043227 2002년07월23일	(65) 공개번호 (43) 공개일자	10-2004-0009313 2004년01월31일
------------------------	--------------------------------	------------------------	--------------------------------

(73) 특허권자 주식회사 엘리아테크
 서울특별시 서초구 서초동 1355-26

(72) 발명자 이종우
 충청남도예산군덕산면사천리20

(74) 대리인 정종옥
 조담

심사관 : 최성근

(54) 킬레이트제를 이용한 유기 이엘 물질의 정제 방법

요약

유기 전계 발광 표시 소자의 정제에 있어서, 발광 물질이나 전자, 정공 전달 물질에 포함되어 있는 금속 이온을 킬레이팅시켜 소자의 발광 효율과 수명을 증대시킨다.

이를 위해 본 발명은, 두 개의 반응 용기에 각기 유기 EL 물질과 킬레이트제를 투입하고, 해당 용매를 주입하여 상기 유기 EL 물질과 킬레이트제를 용해시킨 후, 용해시킨 유기 EL 물질과 킬레이트제를 별도의 반응 용기에 주입하여 상기 킬레이트제가 유기 EL 물질의 금속 이온을 킬레이팅 하도록 한 다음, 마지막으로 이렇게 금속 이온을 킬레이팅한 유기 EL 물질을 승화 정제방법을 이용하여 상기 유기 EL 물질에 남아 있는 불순물 또는 부산물을 제거하도록 한다.

대표도

도 2

색인어

유기, 이엘, 물질, 킬레이트제, 승화, 정제

명세서

도면의 간단한 설명

도 1a 내지 도 1d는 본 발명에 사용되는 킬레이트제를 예로 들어 도시한 도면이고,

도 2는 본 발명인 킬레이트제를 이용한 유기 이엘 물질의 정제 방법이 적용되는 장치를 예로 들어 도시한 도면이다.

* 도면의 주요 부분에 대한 부호의 설명 *

20 : 히터(heater) 21 : 챔버

22 : 유리관 23 : 커넥터(connector)

24 : 샘플 보트(sample boat)

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 유기 전계 발광 표시 소자의 정제에 있어서, 발광 물질이나 전자, 정공 전달 물질(이하 "유기 EL 물질"로 통칭함)에 포함되어 있는 금속 이온을 킬레이트제(chelating agent)로 킬레이팅(chelating)시켜 소자의 수명과 발광 효율을 향상시키도록 하는, 킬레이트제를 이용한 유기 이엘 물질의 정제 방법에 관한 것이다.

상기 킬레이트제는 두 자리 이상의 여러 가지 리간드가 배위한 화합물을 일컫으며, 킬레이팅은 이러한 킬레이트제가 금속 이온을 흡착하는 것을 일컫는다.

일반적으로 전계 발광 표시 소자(이하 "ELD"로 약칭함)는 크게 무기물을 발광 재료로 사용하는 무기 ELD와 단분자 및 고분자 유기물을 발광재료로 사용하는 유기 ELD로 구분되는데, 특히, 유기 ELD는 무기 ELD가 요구하는 높은 구동 전압이 필요 없을 뿐만 아니라, 적은 전력 소모, 경량화, 다색성이 용이한 장점이 있어 최근에 이에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다.

이러한, 유기 ELD에 사용되는 물질로는 크게 전자 및 정공 전달물질과 발광 물질이 있는데, 정공 전달 물질로는 TPD(N,N'-Bis-(3-methylphenyl)-N,N'-bis(phenyl)-benzidine), NPD(N,N'-Di(naphthalen-1-yl)-N,N'-dibenzyl-benzidine), CuPc(Copper Phthalocyanine), MTDATA(4,4',4''-tris(3-methylphenylamino)triphenylamine) 등과 같은 것들이 있고, 전자 전달 물질로는 Alq3(Tri-(8-hydroxy-chinolinato)-aluminium), DTVBi(4,4-Bis(2,2-diphenyl-ethen-1-yl)-diphenyl) 등의 화합물이 있으며, 또한 발광 물질로는 Alq3나, 쿠마린(coumarine) 유도체, 퀴나크리돈(quinacridone) 유도체, 루브렌(rubrene)이 있다.

이 중에서 특히, 금속과 유기물이 화학 결합되어 생성된 Alq3나 CuPc는 그 화학 결합 단계에서 유기물의 낮은 결정화 온도(Tg)나 산소와 수분과의 접촉 등으로 인해 불순물인 Al^{3+} , Cu^+ , Cu^{2+} 등의 금속 이온이 발생되고, 이렇게 발생된 금속 이온은 유기 이엘의 양극과 음극 전극 사이에 누설 전류를 발생시켜 발광 효율과 소자의 수명을 저하시키는 문제점을 발생한다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

이에 본 발명은 상기한 문제점을 해소시키기 위한 것으로, 유기 전계 발광 표시 소자의 정제시, 발광 물질이나 전자, 정공 전달 물질에 포함되어 있는 금속 이온을 킬레이트제(Chelating agent)로 킬레이팅(chelating)시켜 소자의 수명과 발광 효율을 향상시키도록 하는, 킬레이트제를 이용한 유기 이엘 물질의 정제 방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

이를 위해 본 발명은, 제 1 반응 용기와 제 2 반응 용기에 유기 EL 재료와 킬레이트제를 각각 투입하고, 투입한 유기 EL 물질과 킬레이트제의 해당 용매를 상기 제 1 반응 용기와 제 2 반응 용기에 주입하여 상기 유기 EL 물질과 킬레이트제를 용해시키는 단계와;

상기 용해시킨 유기 EL 물질과 킬레이트제를 제 3 반응 용기에 주입하여 상기 킬레이트제가 유기 EL 물질의 금속 이온을 킬레이팅하도록 하는 단계와;

상기 금속 이온을 킬레이팅한 유기 EL 물질을 승화 정제방법을 이용해 승화시켜 정제하는 단계로 이루어지도록 한다.

발명의 구성 및 작용

이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명을 살펴보면 다음과 같다.

먼저, 본 발명의 킬레이트제를 이용한 유기 이엘 물질의 정제 방법은 제 1 용기내에 유기 EL 물질을 투입하는데, 상기 유기 EL 물질은 금속과 유기물이 화학 결합된 것이 바람직하다.

구체적으로, 정공 전달 물질로는 CuPc(Copper Phthalocyanine)을 사용하고 전자 전달 또는 발광 물질로는 Alq3(Tri-(8-hydroxy-chinolinato)-aluminium)을 사용하는 것이 가장 바람직하다.

다음, 상기 제 1 용기에 유기 EL 물질을 투입하고 나면, 투입한 유기 EL 물질에 따라 그 해당 물질을 용해시킬 수 있는 용매를 선택하여 주입한다.

예컨대, 상기 제 1 용기내에 투입한 해당 유기 EL 물질이, Alq3일 경우에는 용매로 클로로포름(Chloroform)을 사용하고, CuPc일 경우에는 용매로 황산을 사용하는 것이 바람직하다.

아울러, 제 2 용기에는 상기 유기 EL 물질을 킬레이팅(chelating)시킬 수 있는 킬레이트제(chelating agent)를 투입한 후, 상기 킬레이트제를 용해시킬 수 있는 용매를 주입한다.

이 때, 상기 킬레이트제는 도 1a 내지 도 1d에 도시한 바와 같이, EDTA(ethylenediaminetetraacetic acid), NTA(nitrilotriacetic acid), DTPA(diethylenetriaminepentaacetic acid), Citric acid 중에서 어느 하나를 사용하는 것이 바람직하다.

그리고, 상기 킬레이트제를 용해시킬 수 있는 용매는 상기 제 1 용기에 주입하는 용매와 서로 섞이지 않는 것을 사용하도록 하는데, 예컨대 증류수를 사용하는 것이 바람직하다.

다음, 상기 제 1 용기내에서 용해된 유기 EL 물질과 상기 제 2 용기내에 용해된 킬레이트제를 제 3 용기에 담아 이들을 혼합하게 되면, 상기 제 2 용기내에 용해된 킬레이트제가 상기 제 1 용기내에 용해된 Al^{3+} 나 Cu^{+} , Cu^{2+} 와 같은 금속 이온을 킬레이팅(chelating)하게 된다.

이어, 킬레이트제를 이용해 유기 EL 물질에서 추출된 금속 이온을 킬레이팅시킨 후에는, 유기 EL 물질이 녹아있는 층과 킬레이트가 녹아있는 층을 분리한 후에 로터리 증발기(rotary evaporator) 등을 이용해 유기물층의 용매를 증발시켜 상기 제 3 용기내에 금속 이온을 킬레이팅한 유기 EL 물질만이 남도록 한다.

이어, 이렇게 금속 이온을 킬레이팅하고 있는 유기 EL 물질을 샘플 보트(sample boat)에 수용하여 이를 도 2에 도시된 바와 같은, 승화 장치를 이용해 금속과 유기물의 합성 중에 생긴 부산물이나 불순물을 정제하는데, 상기 승화 장치는 챔버(20)의 여러 외주면에 각기 서로 다른 온도로 가열하는 제 1, 제 2, 제 3, 제 4 히터(heater)(21, 22, 23, 24)와, 상기 챔버(20)의 내부에 위치하며 커넥터(25)로 상호 연결되는 제 1, 제 2, 제 3, 제 4유리관(26, 27, 28, 29)과, 상기 제 1 유리관(26)에 안착되며 정제할 유기 EL 물질이 수용되어 있는 샘플 보트(30)로 이루어지는데, 이렇게 이루어지는 승화 장치를 이용해 본 발명의 정제 방법을 계속적으로 설명한다.

먼저, 금속 이온을 킬레이팅한 유기 EL 물질을 샘플 보트(30)에 담고 챔버(20)의 도어를 열어 제 1 히터(21)로 둘러싸인 제 1 유리관(26)에 안착시키고 닫는다.

그런 다음, 로터리 펌프(rotary pump)(도시하지 않음)를 이용하여 유리관들(26, 27, 28, 29)내부를 진공상태로 만든 다음, 비활성 가스(inert gas)인 N_2 또는 Ar을 유량계(도시하지 않음)를 통해 1 토르(torr)정도의 압력이 되도록 흘려준다.

이어, 상기 제 1 히터(21)를 유기 EL 물질의 승화점 부근에 해당하는 온도로 가열하고, 제 2 히터(22)는 상기 제 1 히터(21)보다 낮은 가열 온도를 가지도록 온도 편차를 주어 가열하는데, 예컨대 상기 유기 EL 재료가 Alq_3 인 경우에는 상기 제 1 히터(21)의 가열 온도를 $320^{\circ}C$ 정도로 하고, 상기 제 2 히터(22)의 가열 온도를 $200^{\circ}C$ 정도로 하는 것이 바람직하다.

한편, 상기 제 1 유리관(30)내에 위치한 샘플 보트에 수용되어 있는 유기 EL 재료는 제 1 히터(21)에서 가열한 열에 의해 승화되어 제 2 히터(22) 부근에 맺히게 되고, 반면에 질량이 적은 부산물 또는 불순물은 제 2 또는 제 3, 제 4 히터(22, 23, 24)가 위치한 방향으로 멀리 이동하게 되며, 질량이 큰 부산물 또는 불순물은 멀리 이동하지 못하고 현 위치인 제 1 히터(21) 부위에 남게 된다.

이 때, 질량이 적은 부산물 또는 불순물을 제거하기 위하여 상기와 같이 제 3 히터(23)를 상기 제 2 히터(22)보다 낮은 가열 온도를 가지도록 온도 편차를 주어 가열하고, 상기 제 4 히터(24) 역시 상기 제 3 히터(22)보다 낮은 가열온도로 가열하도록 하여 질량이 적은 부산물 또는 불순물을 순차적으로 제 2, 제 3, 제 4 히터에 남게 하도록 하여 금속 이온을 킬레이팅하고 있는 유기 EL 물질을 정제하는데, 상기 유기 EL 물질이 Alq_3 인 경우에는 상기 제 3 히터(23)의 가열 온도를 $175^{\circ}C$ 정도로 하고, 상기 제 4 히터(24)의 가열 온도를 $150^{\circ}C$ 정도로 하는 것이 바람직하다.

한편, 상기와 같이 4개의 히터의 수는 일 실시 예에 불과하며, 상기 승화 장치를 이용해 정제하고자 하는 유기 EL 물질에 따라 그 수에 있어 다양한 변형이 가능하다.

다음, 마지막으로 유리관을 꺼낸 후 그 벽면에 맺혀 있는 비결정의 정제된 유기 EL 물질을 회수하여 본 발명의 제조 방법을 종료한다.

발명의 효과

이상에서 상세히 설명한 바와 같이, 본 발명의 킬레이트제를 이용한 유기 이엘 물질의 정제 방법은 발광 물질이나 전자, 정공 전달 물질에 포함되어 있는 금속 이온을 킬레이트제(chelating agent)를 이용해 킬레이팅시킴으로써 소자 제작시에 발생하는 흑점의 수를 감소시키고, 아울러 발광 효율과 소자의 수명을 향상시킬 수 있는 효과가 있다.

본 발명은 기재된 구체적인 예에 대해서만 상세히 설명되었지만 본 발명의 기술사상 범위 내에서 다양한 변형 및 수정이 가능함은 당업자에게 있어서 명백한 것이며, 이러한 변형 및 수정이 첨부된 특허청구범위에 속함은 당연한 것이다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

제 1 반응 용기와 제 2 반응 용기에 유기 EL 물질과 킬레이트제를 각기 투입하고, 투입한 유기 EL 물질과 킬레이트제를 용해시키는 용매를 상기 제 1 반응 용기와 제 2 반응 용기에 각기 주입하여 상기 유기 EL 물질과 킬레이트제를 용해시키는 제 1 단계와;

상기 용해시킨 유기 EL 물질과 킬레이트제를 제 3 반응 용기에 주입하여 상기 킬레이트제가 유기 EL 물질의 금속 이온을 킬레이팅하도록 하는 제 2 단계와;

상기 금속 이온을 킬레이팅한 유기 EL 물질을 가열 수단을 이용해 승화시켜 정제하는 제 3 단계로 이루어지며,

상기 유기 EL 물질은,

발광 물질, 전자 전달 물질 또는 정공 전달 물질중 금속과 유기물이 화학 결합하여 이루어진 물질인 것으로 $\text{Alq}_3(\text{Tri-(8-hydroxy-chinolino)}-\text{aluminium})$ 이고,

상기 정공 전달 물질은,

$\text{CuPc}(\text{Copper Phthalocyanine})$ 인 것을 특징으로 하는 킬레이트제를 이용한 유기 이엘 물질의 정제 방법.

청구항 2.

제 1 항에 있어서, 상기 킬레이트제는;

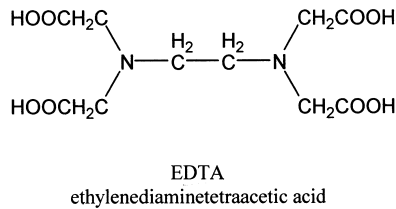
EDTA(ethylenediaminetetraacetic acid), NTA(nitrilotriacetic acid), DTPA(diethylenetriaminepentaacetic acid), Citric acid중의 어느 하나인 것을 특징으로 하는 유기 이엘 물질의 정제 방법.

청구항 3.

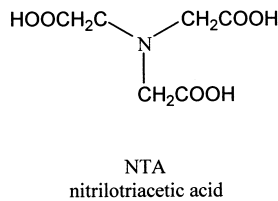
삭제

도면

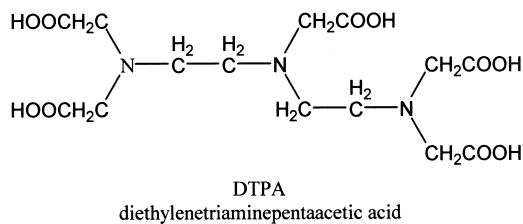
도면1a



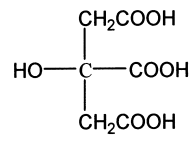
도면1b



도면1c

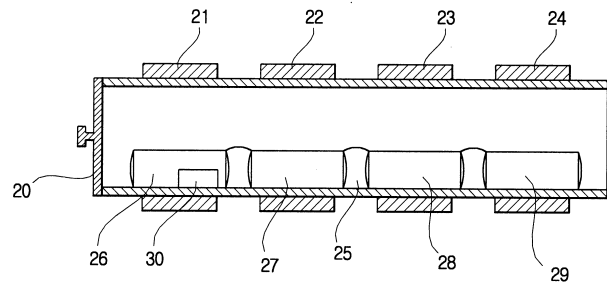


도면1d



Citric acid

도면2



专利名称(译)	使用螯合剂纯化有机物质的方法		
公开(公告)号	KR100497448B1	公开(公告)日	2005-07-01
申请号	KR1020020043227	申请日	2002-07-23
[标]申请(专利权)人(译)	ELIATECH		
申请(专利权)人(译)	电梯技术有限公司.		
当前申请(专利权)人(译)	电梯技术有限公司.		
[标]发明人	LEE JONGWOO		
发明人	LEE,JONGWOO		
IPC分类号	C09K11/06		
CPC分类号	C09K11/06 H01L51/0081 H01L51/0091 H01L51/5056		
代理人(译)	CHO , TARM		
其他公开文献	KR1020040009313A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

目的：提供一种通过使用螯合剂纯化有机电致发光物质的方法，以提高有机电致发光器件的发光效率和寿命。组成：该方法包括以下步骤：将有机电致发光物质放入第一反应器中，将螯合剂放入第二反应器中；将溶解有机电致发光物质和螯合剂的溶剂分别注入第一和第二反应器中，以使其溶解；将溶解的有机电致发光物质和溶解的螯合剂注入第三反应器，以螯合有机电致发光物质的金属离子；加热金属离子螯合的有机电致发光物质使其升华。优选地，螯合剂是选自EDTA（乙二胺四乙酸），NTA（亚硝基三乙酸），DTPA（二亚乙基三胺五乙酸）和柠檬酸中的任何一种。

