



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 등록특허공보(B1)**

(45) 공고일자 2014년01월09일  
 (11) 등록번호 10-1349614  
 (24) 등록일자 2014년01월03일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
*B01D 7/00* (2006.01) *C09K 11/06* (2006.01)  
*C08J 11/02* (2006.01)  
 (21) 출원번호 10-2012-0031129  
 (22) 출원일자 2012년03월27일  
 심사청구일자 2012년03월27일  
 (65) 공개번호 10-2013-0109411  
 (43) 공개일자 2013년10월08일  
 (56) 선행기술조사문헌  
 KR1020060008531 A\*  
 \*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자  
 김재민  
 서울특별시 성북구 삼양로9길 10-7 (길음동)  
 (72) 발명자  
 김재민  
 서울특별시 성북구 삼양로9길 10-7 (길음동)  
 (74) 대리인  
 송경근

전체 청구항 수 : 총 10 항

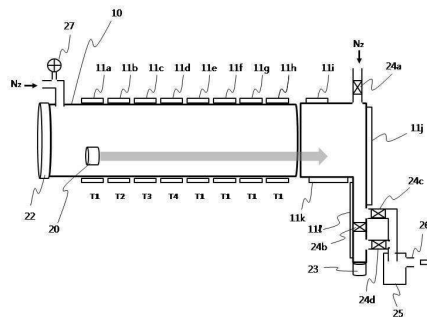
심사관 : 한승수

(54) 발명의 명칭 **유기 물질의 승화정제 방법 및 장치**

**(57) 요약**

본 발명은 유기전계발광 물질의 고순도 정제된 물질을 얻는 장치에 관한 것으로 정제관에 부착된 여러 개로 나뉘어져 있는 가열기의 온도조건을 바꾸어가면서 증래의 내부관과 외부관을 하나로 된 정제관으로 구성되고, 포집방법을 가열기의 온도 조절과 공압의 유속조절로써 정제된 물질을 포집하여 고순도 정제물질을 얻을 수 있을 뿐만 아니라 증래의 끊어서 회수하는 방식에 비하여 정제된 물질의 손실을 없앨 수 있는 제조방법을 제공한다.

**대표도**



**특허청구의 범위**

**청구항 1**

정제관의 길이방향으로 순차적으로 설치된 복수의 가열기를 제어하여 유기 물질을 승화정제하는 방법에 있어서, 불순물이 포함된 유기 물질이 수용된 시료용기가 위치하는 제1영역으로부터 상기 정제관의 길이방향으로 사전에 설정된 개수의 가열기의 온도를 제어하여 상기 제1영역으로부터 상기 사전에 설정된 개수의 가열기에 대응하는 영역의 온도가 상기 정제관의 길이방향으로 순차적으로 낮아지도록 유지하면서 상기 정제관의 길이방향으로 비활성기체를 투입하는 제1정제 단계; 및

상기 사전에 설정된 개수의 가열기에 대응하는 영역 중에서 순수 유기 물질이 승화되는 제2영역으로부터 상기 정제관의 길이방향으로 사전에 설정된 개수의 가열기의 온도를 제어하여 상기 제2영역으로부터 상기 사전에 설정된 개수의 가열기에 대응하는 영역의 온도가 정제관의 길이방향으로 순차적으로 낮아지도록 유지하면서 상기 정제관의 길이방향으로 상기 비활성기체를 투입하는 제2정제 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 물질의 승화정제 방법.

**청구항 2**

제 1항에 있어서,

상기 제2정제단계에서 상기 제2영역 이전의 영역들은 상기 순수 유기 물질이 승화되는 온도보다 높고 상기 사전에 설정된 개수의 가열기에 대응되는 영역의 온도 중에서 가장 높은 온도보다 낮게 유지되는 것을 특징으로 하는 유기 물질의 승화정제 방법.

**청구항 3**

제 1항에 있어서,

상기 사전에 설정된 개수의 가열기는 4개이며,

상기 제1정제단계는,

상기 제1영역에 대응하는 위치에 설치된 제1가열기의 온도를 제어하여 상기 제1영역이 상기 유기 물질에 포함된 불순물 중에서 상기 순수 유기 물질의 승화온도인 제1승화온도보다 높은 승화온도를 갖는 제1불순물의 승화온도인 제2승화온도보다 높은 제3승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제1가열기에 이웃하는 제2가열기의 온도를 제어하여 상기 제1영역에 이웃하는 제2영역이 상기 제2승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제2가열기에 이웃하는 제3가열기의 온도를 제어하여 상기 제2영역에 이웃하는 제3영역이 상기 제1승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제3가열기에 이웃하는 제4가열기의 온도를 제어하여 상기 제3영역에 이웃하는 제4영역이 상기 제1승화온도보다 낮은 제4승화온도로 유지되도록 하는 단계; 및

상기 정제관의 길이방향으로 비활성기체를 투입하는 단계;를 포함하고,

상기 제2정제단계는,

상기 제3가열기의 온도를 제어하여 상기 제3영역이 상기 제3승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제4가열기의 온도를 제어하여 상기 제4영역이 상기 제2승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제4가열기에 이웃하는 제5가열기의 온도를 제어하여 상기 제4영역에 이웃하는 제5영역이 상기 제1승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제5가열기에 이웃하는 제6가열기의 온도를 제어하여 상기 제5영역에 이웃하는 제6영역이 상기 제4승화온도로 유지되도록 하는 단계; 및

상기 정제관의 길이방향으로 비활성기체를 투입하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 물질의 승화정제 방법.

**청구항 4**

제 3항에 있어서,

상기 제2정제단계에서 상기 제1영역 및 제2영역은 상기 제1승화온도보다 높고 상기 제3승화온도보다 낮게 유지

되는 것을 특징으로 하는 유기 물질의 승화정제 방법.

**청구항 5**

제 1항 내지 제 4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 정제관은 단일관으로 이루어진 것을 특징으로 하는 유기 물질의 승화정제 방법.

**청구항 6**

내부에 불순물이 포함된 유기 물질이 수용된 시료용기가 배치되고, 길이방향으로 순차적으로 복수의 가열기가 설치되어 있는 정제관;

상기 복수의 가열기를 제어하는 가열기 제어부;

상기 정제관의 양 단부 중에서 상기 시료용기가 배치된 위치에 대응되는 제1단부에 설치되어 비활성가스가 주입되는 제1조절밸브;

최종 정제 물질이 회수되는 회수용기;

상기 정제관의 제2단부에 설치되어 상기 정제관과 상기 회수용기 사이를 선택적으로 개폐하는 제2조절밸브; 및

상기 정제관의 제2단부에 설치되어 상기 비활성가스를 배기시키거나 회수하기 위한 제3조절밸브;를 포함하며,

상기 가열기 제어부는, 상기 불순물이 포함된 유기 물질이 수용된 시료용기가 위치하는 제1영역으로부터 상기 정제관의 길이방향으로 사전에 설정된 개수의 가열기의 온도를 제어하여 상기 제1영역으로부터 상기 사전에 설정된 개수의 가열기에 대응하는 영역의 온도가 상기 정제관의 길이방향으로 순차적으로 낮아지도록 유지하는 제1온도제어과정 및 상기 사전에 설정된 개수의 가열기에 대응하는 영역 중에서 순수 유기 물질이 승화되는 제2영역으로부터 상기 정제관의 길이방향으로 사전에 설정된 개수의 가열기의 온도를 제어하여 상기 제2영역으로부터 상기 사전에 설정된 개수의 가열기에 대응하는 영역의 온도가 정제관의 길이방향으로 순차적으로 낮아지도록 유지하는 제2온도제어과정을 순차적으로 수행하고,

상기 제1조절밸브는 상기 제1온도제어과정 및 상기 제2온도제어과정의 수행 중에 개방되어 상기 비활성기체가 상기 정제관 내로 주입되고,

상기 제2조절밸브와 상기 제3조절밸브 중 하나는 상기 제1온도제어과정 및 상기 제2온도제어과정에서 개방되어 상기 순수 유기물질이 상기 회수용기로 회수되거나 상기 비활성가스가 배기 또는 회수되는 것을 특징으로 하는 유기 물질의 승화정제 장치.

**청구항 7**

제 6항에 있어서,

상기 제2온도제어과정에서 상기 제2영역 이전의 영역들은 상기 순수 유기 물질이 승화되는 온도보다 높고 상기 사전에 설정된 개수의 가열기에 대응되는 영역의 온도 중에서 가장 높은 온도보다 낮게 유지되는 것을 특징으로 하는 유기 물질의 승화정제 장치.

**청구항 8**

제 6항에 있어서,

상기 사전에 설정된 개수의 가열기는 4개이며,

상기 제1온도제어과정에서, 상기 가열기 제어부는 상기 제1영역에 대응하는 위치에 배치된 제1가열기의 온도를 제어하여 상기 제1영역이 상기 유기 물질에 포함된 불순물 중에서 상기 순수 유기 물질의 승화온도인 제1승화온도보다 높은 승화온도를 갖는 제1불순물의 승화온도인 제2승화온도보다 높은 제3승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제1가열기에 이웃하는 제2가열기의 온도를 제어하여 상기 제1영역에 이웃하는 제2영역이 상기 제2승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제2가열기에 이웃하는 제3가열기의 온도를 제어하여 상기 제2영역에 이웃하는 제3영역이 상기 제1승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제3가열기에 이웃하는 제4가열기의 온도를 제어하여 상기 제3영역에 이웃하는 제4영역이 상기 제1승화온도보다 낮은 제4승화온도로 유지되도록 하고,

상기 제2온도제어과정에서, 상기 가열기 제어부는, 상기 제3가열기의 온도를 제어하여 상기 제3영역이 상기 제3

승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제4가열기의 온도를 제어하여 상기 제4영역이 상기 제2승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제4가열기에 이웃하는 제5가열기의 온도를 제어하여 상기 제4영역에 이웃하는 제5영역이 상기 제1승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제5가열기에 이웃하는 제6가열기의 온도를 제어하여 상기 제5영역에 이웃하는 제6영역이 상기 제4승화온도로 유지되도록 하는 것을 특징으로 하는 유기 물질의 승화정제 장치.

**청구항 9**

제 8항에 있어서,

상기 제2온도제어과정에서 상기 제1영역 및 제2영역은 상기 제1승화온도보다 높고 상기 제3승화온도보다 낮게 유지되는 것을 특징으로 하는 유기 물질의 승화정제 장치.

**청구항 10**

제 6항 내지 제 9항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 정제관은 단일관으로 이루어진 것을 특징으로 하는 유기 물질의 승화정제 장치.

**명세서**

**기술분야**

[0001] 본 발명은 유기전계물질의 정제 및 회수를 자동화로 하는 장치에 관한 것으로 종래의 장치가 유기전계물질을 정제 후 수동적인 방법으로 끊어서 회수하였고, 시료를 넣기 위한 별도의 내부관을 사용하였기 때문에, 외부관에 부착된 가열기의 열전달의 불균일성과 회수할 때에 물질의 손실과 반복 정제할 때에 생기는 공기 중에 시료가 노출되었었지만, 본 발명은 그러한 물질의 손실과 오염성 없이 정제하여 고순도 및 생산성 향상시키는 제조방법 및 그 장치에 관한 것이다.

**배경기술**

[0002] 고체 유기물질을 합성하여 만든 경우에, 합성단계에서 사용되는 촉매 등의 첨가로 그 순도가 99% 이하가 되기 때문에, 제품으로 사용하고자 할 경우에는 통상적으로 정제 방법을 통한 순도의 향상이 필요하였고, 그 정제 방법으로는 크로마토그래피법을 주로 사용하였으나 유기전계발광소자용 물질에 대하여는 재결정법과 승화법을 주로 사용하였다.

[0003] 상기의 크로마토그래피법은 유기용매를 사용한 용액을 전기적 결합력과 질량을 이용하여 고순도는 얻어낼 수 있으나, 정제의 용량을 소량밖에 할 수 없어서 산업화를 위한 대량생산의 정제의 방법으로는 적합하지가 않다.

[0004] 상기 재결정법은 고체 유기물질에 선택적으로 결합하는 용매를 첨가 후 가열하여 포화상태의 용액을 냉각시켜서 순수 물질을 얻는 방법으로 대량 생산에는 좋지만, 첨가된 용매 때문에 고순도를 얻기는 매우 어려우며 전기적 결합력차이가 유사할 경우에도 정제가 어려운 단점이 있다.

[0005] 그리고 승화 방법에 의한 정제방법은 정제물질의 승화온도점(Tg)과 분자량을 이용하여 정제하는 것으로 Hans J, Wagner 고안한 방법이 대표적이다.

[0006] 이 승화 정제방법은 전체가 온도가열기가 외부에 가열기를 부착한 외부관과, 정제할 물질을 담고 있고 결상되는 내부관, 그리고 진공펌프로 구성되었다. 정제할 물질을 용기(석영)에 담아서 내부관 안쪽에 넣고 정제물질의 승화점 온도보다 높게 가열하여 승화시켜서 진공도에 차이와 비활성가스를 흐름에 따라 정제물질이 이동한다. 승화 물질이 내부관을 이동할 때, 외부관의 온도를 승화물질의 진행방향에 따라 고온에서 저온으로 만들면, 승화 물질은 결상온도점에서 결정상태로 되어 내부관의 안쪽에 결상되거나 바닥으로 가라앉은 채로 결상하게 된다.

[0007] 일반적으로 이러한 방법으로 고순도의 물질을 1회 정제만으로는 고순도를 얻기 어렵기 때문에 3회 이상의 반복 정제를 통하여 고순도 물질을 얻어낸다.

[0008] 종래의 승화정제방법의 문제점은, 외부관과 내부관을 사용하므로써 외부관에 부착하여 가열하는 온도가 내부관에 균일하게 전달되지 않아서 결상을 정확하게 맞추기가 어렵고, 반복정제 또는 최종정제의 회수단계에서는 정제물질을 끊어서 회수하므로 정제물질의 양적인 손실이 발생 되며, 진공상태의 정제장치를 해체하여 재정제를 해야 하므로 공기 중의 산소 또는 수증기에 정제물질이 노출되어 오염으로 인한 물질의 순도 저하를 발생시킬 수 있고, 최종 정제까지의 정제시간 또한 매우 길어지는 문제점이 있다.

[0009] 결국 이러한 상기 승화정제방법의 문제점을 해결하기 위한 정제장치가 필요하다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

[0010] 본 발명은 상기 종래의 정제방법의 문제점을 해결하고자, 정제물질을 고순도 정제하면서 정제과정 중 또는 최종 정제 후 회수방법을 수동적인 방식인 정제물질을 끊어서 회수하지 않고, 가열기의 온도를 이용한 자동적인 회수 방식으로 정제하는 장치와 그 방법을 제공하는 것이다.

**과제의 해결 수단**

[0011] 본 발명은 상기 종래의 승화 정제방법에서 내부관을 별도로 사용하지 않고, 1개의 정제관과 가열기, 진공펌프로 구성된 정제장치이다. 서로 상이한 여러 개의 가열기의 온도설정을 바꾸어가면서 정제 및 회수를 하기 때문에, 반복정제 및 최종 정제 후 회수할 때에는 물리적으로 끊어서 회수할 필요가 없고, 진공을 해체하면서 반복정제를 하지 않아도 되는 정제방법이다.

상기의 기술적 과제를 달성하기 위한, 본 발명에 따른 유기 물질의 승화정제 방법은, 정제관의 길이방향으로 순차적으로 설치된 복수의 가열기를 제어하여 유기 물질을 승화정제하는 방법에 있어서, 불순물이 포함된 유기 물질이 수용된 시료용기가 위치하는 제1영역으로부터 상기 정제관의 길이방향으로 사전에 설정된 개수의 가열기의 온도를 제어하여 상기 제1영역으로부터 상기 사전에 설정된 개수의 가열기에 대응하는 영역의 온도가 상기 정제관의 길이방향으로 순차적으로 낮아지도록 유지하면서 상기 정제관의 길이방향으로 비활성기체를 투입하는 제1정제 단계; 및 상기 사전에 설정된 개수의 가열기에 대응하는 영역 중에서 순수 유기 물질이 승화되는 제2영역으로부터 상기 정제관의 길이방향으로 사전에 설정된 개수의 가열기의 온도를 제어하여 상기 제2영역으로부터 상기 사전에 설정된 개수의 가열기에 대응하는 영역의 온도가 정제관의 길이방향으로 순차적으로 낮아지도록 유지하면서 상기 정제관의 길이방향으로 상기 비활성기체를 투입하는 제2정제 단계;를 가진다.

바람직하게는, 상기 제2정제단계에서 상기 제2영역 이전의 영역들은 상기 순수 유기 물질이 승화되는 온도보다 높고 상기 사전에 설정된 개수의 가열기에 대응되는 영역의 온도 중에서 가장 높은 온도보다 낮게 유지된다.

바람직하게는, 상기 사전에 설정된 개수의 가열기는 4개이며, 상기 제1정제단계는, 상기 제1영역에 대응하는 위치에 설치된 제1가열기의 온도를 제어하여 상기 제1영역이 상기 유기 물질에 포함된 불순물 중에서 상기 순수 유기 물질의 승화온도인 제1승화온도보다 높은 승화온도를 갖는 제1불순물의 승화온도인 제2승화온도보다 높은 제3승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제1가열기에 이웃하는 제2가열기의 온도를 제어하여 상기 제1영역에 이웃하는 제2영역이 상기 제2승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제2가열기에 이웃하는 제3가열기의 온도를 제어하여 상기 제2영역에 이웃하는 제3영역이 상기 제1승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제3가열기에 이웃하는 제4가열기의 온도를 제어하여 상기 제3영역에 이웃하는 제4영역이 상기 제1승화온도보다 낮은 제4승화온도로 유지되도록 하는 단계; 및 상기 정제관의 길이방향으로 비활성기체를 투입하는 단계;를 가지고, 상기 제2정제단계는, 상기 제3가열기의 온도를 제어하여 상기 제3영역이 상기 제3승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제4가열기의 온도를 제어하여 상기 제4영역이 상기 제2승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제4가열기에 이웃하는 제5가열기의 온도를 제어하여 상기 제4영역에 이웃하는 제5영역이 상기 제1승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제5가열기에 이웃하는 제6가열기의 온도를 제어하여 상기 제5영역에 이웃하는 제6영역이 상기 제4승화온도로 유지되도록 하는 단계; 및 상기 정제관의 길이방향으로 비활성기체를 투입하는 단계;를 가진다.

바람직하게는, 상기 제2정제단계에서 상기 제1영역 및 제2영역은 상기 제1승화온도보다 높고 상기 제3승화온도보다 낮게 유지된다.

바람직하게는, 상기 정제관은 단일관으로 이루어진다.

상기의 기술적 과제를 달성하기 위한, 본 발명에 따른 승화정제 장치는, 내부에 불순물이 포함된 유기 물질이 수용된 시료용기가 배치되고, 길이방향으로 순차적으로 복수의 가열기가 설치되어 있는 정제관; 상기 복수의 가열기를 제어하는 가열기 제어부; 상기 정제관의 양 단부 중에서 상기 시료용기가 배치된 위치에 대응되는 제1단부에 설치되어 비활성가스가 주입되는 제1조절밸브; 최종 정제 물질이 회수되는 회수용기; 상기 정제관의 제2단부에 설치되어 상기 정제관과 상기 회수용기 사이를 선택적으로 개폐하는 제2조절밸브; 및 상기 정제관의 제2단부에 설치되어 상기 비활성가스를 배기시키거나 회수하기 위한 제3조절밸브;를 구비하며, 상기 가열기 제어부는, 상기 불순물이 포함된 유기 물질이 수용된 시료용기가 위치하는 제1영역으로부터 상기 정제관의 길이

방향으로 사전에 설정된 개수의 가열기의 온도를 제어하여 상기 제1영역으로부터 상기 사전에 설정된 개수의 가열기에 대응하는 영역의 온도가 상기 정제관의 길이방향으로 순차적으로 낮아지도록 유지하는 제1온도제어과정 및 상기 사전에 설정된 개수의 가열기에 대응하는 영역 중에서 순수 유기 물질이 승화되는 제2영역으로부터 상기 정제관의 길이방향으로 사전에 설정된 개수의 가열기의 온도를 제어하여 상기 제2영역으로부터 상기 사전에 설정된 개수의 가열기에 대응하는 영역의 온도가 정제관의 길이방향으로 순차적으로 낮아지도록 유지하는 제2온도제어과정을 순차적으로 수행하고, 상기 제1조절밸브는 상기 제1온도제어과정 및 상기 제2온도제어과정의 수행 중에 개방되어 상기 비활성기체가 상기 정제관 내로 주입되고, 상기 제2조절밸브와 상기 제3조절밸브 중 하나는 상기 제1온도제어과정 및 상기 제2온도제어과정에서 개방되어 상기 순수 유기물질이 상기 회수용기로 회수되거나 상기 비활성가스가 배기 또는 회수된다.

바람직하게는, 상기 제2온도제어과정에서 상기 제2영역 이전의 영역들은 상기 순수 유기 물질이 승화되는 온도보다 높고 상기 사전에 설정된 개수의 가열기에 대응되는 영역의 온도 중에서 가장 높은 온도보다 낮게 유지된다.

바람직하게는, 상기 사전에 설정된 개수의 가열기는 4개이며, 상기 제1온도제어과정에서, 상기 가열기 제어부는 상기 제1영역에 대응하는 위치에 배치된 제1가열기의 온도를 제어하여 상기 제1영역이 상기 유기 물질에 포함된 불순물 중에서 상기 순수 유기 물질의 승화온도인 제1승화온도보다 높은 승화온도를 갖는 제1불순물의 승화온도인 제2승화온도보다 높은 제3승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제1가열기에 이웃하는 제2가열기의 온도를 제어하여 상기 제1영역에 이웃하는 제2영역이 상기 제2승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제2가열기에 이웃하는 제3가열기의 온도를 제어하여 상기 제2영역에 이웃하는 제3영역이 상기 제1승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제3가열기에 이웃하는 제4가열기의 온도를 제어하여 상기 제3영역에 이웃하는 제4영역이 상기 제1승화온도보다 낮은 제4승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제2온도제어과정에서, 상기 가열기 제어부는, 상기 제3가열기의 온도를 제어하여 상기 제3영역이 상기 제3승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제4가열기의 온도를 제어하여 상기 제4영역이 상기 제2승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제4가열기에 이웃하는 제5가열기의 온도를 제어하여 상기 제4영역에 이웃하는 제5영역이 상기 제1승화온도로 유지되도록 하고, 상기 제5가열기에 이웃하는 제6가열기의 온도를 제어하여 상기 제5영역에 이웃하는 제6영역이 상기 제4승화온도로 유지되도록 한다.

바람직하게는, 상기 제2온도제어과정에서 상기 제1영역 및 제2영역은 상기 제1승화온도보다 높고 상기 제3승화온도보다 낮게 유지된다.

바람직하게는, 상기 정제관은 단일관으로 이루어진다.

**발명의 효과**

[0012] 본 발명은 종래의 승화 정제방법에서 별도의 내부관을 사용하지 않고, ㄹ정제종래와 같이 가열기의 온도가 외부관을 통하여 내부관에 전달되는 방식이 아니라, 가열기가 정제관에 직접 부착되어 온도를 설정하기 때문에 정제관의 상하 온도차가 발생하지 않고 관의 둘레로 정밀한 결상영역을 설정할 수 있다. 종래와 같이 재정제할 때에도 정제관의 진공을 해제하는 과정을 거치는 것이 아니라 진공의 해제 없이 가열기의 온도조건만을 바꾸어 가면서 반복 정제가 가능하다. 그리고 최종적으로 유기전계발광물질이 결상된 정제물질의 회수방식도 진공을 해제하지 않고, 온도의 차이와 정제물질과 반응이 없는 기체(N2)를 사용하여 정제물질에 매우 빠른 흐름을 주어 회수하는 방법을 사용한다. 따라서 종래의 승화 정제방법과는 다르게, 최종 정제까지 진공을 해제하지 않고, 회수할 때에도 끊어서 회수하지 않기 때문에 정제물질의 손실방지, 공기 및 수분의 오염이 없는 고순도 정제가 가능하며, 전체의 정제제조 시간을 단축시킬 수 있어서 고순도 정제물질을 대량으로 제조하는 효과를 얻을 수 있다.

**도면의 간단한 설명**

- [0013] 도 1은 본 발명의 정제장치의 전체적인 구성과 1차 정제과정.
- 도 2는 1차 정제과정에서 발생한 불순물을 제거과정.
- 도 3은 1차 정제된 시료의 2차 정제과정.
- 도 4는 2차 정제과정에서 결상된 불순물을 제거하는 과정.
- 도 5는 2차 정제된 시료의 3차 정제과정.

도 6은 3차 정제과정에서 발생한 불순물 제거과정.

도 7은 3차 정제를 통해 얻어진 고순도 시료를 포집하는 과정.

도 8은 정제관을 세정하는 과정.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0014] 본 발명은 종래의 승화정제의 원리를 활용한 정제방법으로서, 그 구성에 있어서 종래의 승화정제 구성을 다르게 하고, 그 정제 및 회수방법 역시 다르게 한 발명이다.
- [0015] 도 1은 본 발명의 정제장치의 전체적인 구성과 1차 정제과정을 예시하고 있다.
- [0016] 상세한 구성은 정제관(10)의 진공을 만들기 위한 정제관의 챔버도어(22)와 진공펌프(26)가 있으며, 정제물질의 흐름을 관리하기 위한 시료와 반응이 없는 비활성기체(N<sub>2</sub>)의 투입량을 가스 유량계(27)을 사용하여 조절함으로써 정제물질의 유속을 조절할 수 있고, 포집을 위한 비활성기체(N<sub>2</sub>) 조절밸브(24a, 24b)를 통하여 최종 정제물질을 회수용기(23)에 회수되도록 사용한다. 조절밸브 24c와 24d는 N<sub>2</sub>를 배기시키거나 회수할 때 각각 사용한다. 정제관(10) 안에서 시료를 결상시키기 위하여 여러 개의 가열기(11a~11h)와 결상이 없게하기 위한 가열기(11i~11l)의 온도(T<sub>1</sub>~T<sub>4</sub>)조건을 선택적으로 걸어주어서 결상, 비결상상태로 통과, 결상된 물질의 승화시킨다.
- [0017] 도 1의 1차 정제하는 과정은 유기전계발광물질을 담은 시료용기(20)를 정제관(10)에 투입하고, 진공챔버도어(22)을 닫은 후 여러 밸브 중에서 24c 만을 열고 진공펌프(26)를 사용하여 고진공을 만든다. 고진공 상태가 되면, 승화된 시료가 충분히 결상이 될 수 있도록 N<sub>2</sub>의 유속 느리게 조절하면서, 각각의 원통형 가열기의 온도조건을 히터의 하단의 온도조건으로 맞춘다. 즉 가열기 11a 영역은 온도T<sub>1</sub>만큼 상승시켜 시료를 승화시키고, 이렇게 승화된 시료는 가열기 11b 영역의 온도 T<sub>2</sub> 를 통과하면서 시료보다도 높은 결상온도를 갖는 불순물을 결상시키게 되고, 나머지의 시료는 가열기 11c 온도 T<sub>3</sub> 영역을 지나면서 시료의 순수물질이 결상하며, 가열기 11d의 온도 T<sub>4</sub>를 지날 때는 시료의 결상온도 보다 낮은 불순물이 결상하게 된다. 그 외 가열기 11e~11l 영역은 항상 모두 온도조건을 승화온도 T<sub>1</sub>으로 유지시켜서 재결상이 없게 하고, 가열기 11c 영역 만에서 불순물이 1차 제거된 시료가 결상하게 한다.
- [0018] 도 2는 1차 정제과정에서 가열기 11d 영역에 결상된 불순물을 제거하기 위한 과정을 예시한 것이다.
- [0019] 도 2의 공정은 11d의 불순물은 1차 정제과정에서 시료보다 낮은 결상온도에서 결상하는 불순물이고, 그 영역의 가열기 11d를 승화온도 T<sub>1</sub>까지 가열하면 불순물이 승화하고, 다른 가열기의 온도는 모두 승화온도 T<sub>1</sub>을 유지한다. 이때 N<sub>2</sub>의 공급도 강하게 하여 1차 결상이 되지않도록 빠른 유속으로 정제관을 지나가게 한다.
- [0020] 도 3은 1차 정제과정에서 결상된 불순물이 1차 제거된 시료를 2차 정제시키는 과정의 예시이다.
- [0021] 그 과정은 가열기 11c 영역에 결상한 시료를 다시 승화온도까지 올려서 승화시키면, N<sub>2</sub>와 진공펌프 방향으로 승화된 기체가 재결상이 될 수 있도록 유속을 만들며, 이때 각 가열기의 온도조건은 가열기 하단에 표시된 온도조건으로 맞춘다. 즉 11a와 11b 가열기 영역은 T<sub>2</sub>로 하여 시료의 순수물질이 재 결상하지 않도록 하고, 그 외의 영역 11d는 T<sub>2</sub>, 11e 는 T<sub>3</sub>, 11f는 T<sub>4</sub>로 하고, 나머지 가열기 온도는 모두 T<sub>1</sub>으로 하여 재 결상화가 발생하지 않게 한다.
- [0022] 도 4는 가열기 11f 영역의 불순물을 제거하는 과정의 예시이다.
- [0023] 그 과정은 가열기 11f 영역의 불순물을 승화점 온도로 가열하여 승화시키고, 그 외의 가열기 영역의 온도는 재 결상되지 않는 고온으로 유지시킨다. 이 때 N<sub>2</sub>의 유속 역시 빠르게 하면 승화된 물질이 재결정될 가능성이 매우 줄어들게 된다.
- [0024] 도 5는 3차 정제과정을 예시한 것이다.
- [0025] 가열기 11e 에 2차 정제를 거쳐서 결상된 시료를 승화온도를 가하여 재 승화시키고, 가열기 11a~11d의 온도는 T<sub>2</sub>를 유지시켜서 승화된 시료가 재결정화되지 않도록 하고, 가열기 11f는 T<sub>2</sub>, 11g는 T<sub>3</sub>, 11h는 T<sub>4</sub>로 설정하고 나머지 영역의 가열기는 항상 T<sub>1</sub>을 그대로 유지시킨다. 이때 N<sub>2</sub> 유속은 재결상이 생길 수 있도록 충분히 느리게 한다.
- [0026] 도 6은 3차 정제과정에서 발생한 불순물 제거과정을 예시한 것이다.
- [0027] 시료의 결상온도 보다 낮은 불순물이 결상되어 있는 가열기 11h 영역의 불순물을 재승화시키고, 가열기 11a~11f

까지는 승화된 불순물이 재 결상하지 않도록 온도를 T2로 유지시키고, 나머지 가열기 부분은 모두 승화온도 T1을 유지시켜서 승화된 불순물 기체가 재결상이 이루어지지 않도록 한다.

[0028] 도 7은 3차 정제를 통해 얻어진 고순도 시료를 포집하는 과정을 예시한 것이다.

[0029] 3차 정제과정에서 얻어진 순수 시료의 결상부분(가열기 11g)을 재승화시키고, N2 유속은 재결상이 생길 수 있도록 충분히 느리게 한다. 이때 밸브 24a, 24b, 24d를 열고 N2의 유속을 빠르게 하고, 가열기의 조건 역시 가열기 11a~11f, 11h를 T2로 유지시키면 재결상없이 포집용기(23)에 3차 정제된 고순도 시료를 얻을 수 있다.

[0030] 도 8은 정제관을 세정하는 공정의 예시에 관한 것이다.

[0031] 모든 가열기의 온도를 승화온도 T1으로 하고, 밸브 24a를 열어서 두 개의 N2 유속이 매우 빠르게 유압조절을 하고, 밸브 24c를 열어서 진공펌프(26)를 가동하면, 시료의 결상온도 보다 높은 결상온도를 갖는 불순물들을 모두 승화시켜서 제거할 수 있다.

### 부호의 설명

[0032] 10: 정제관

11a~11 l : 가열기

20: 시료용기

21: 승화된 기체의 흐름방향

22: 진공챔버도어

23: 회수용기

24a~24d: 밸브

25: N2 포집기

26: 진공펌프

27: 가스 유량계

T1: 시료의 승화온도점

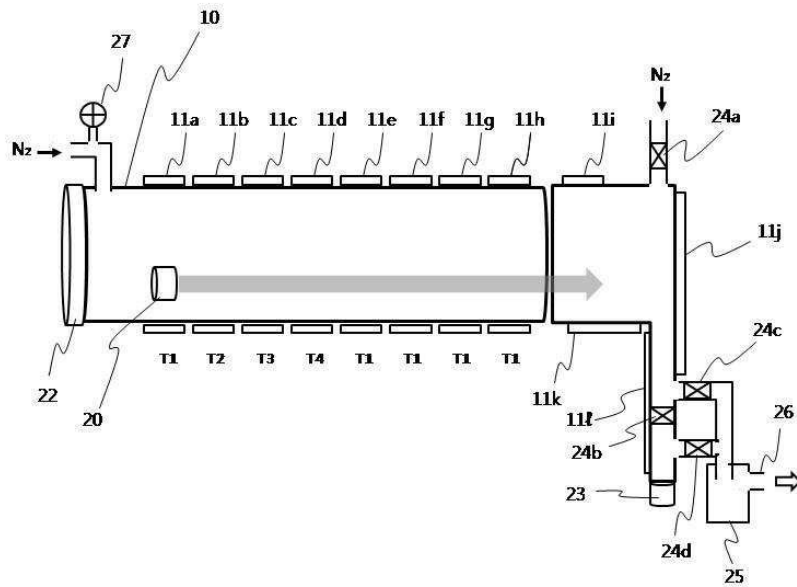
T2: 시료의 결상온도 보다 높은 온도점

T3: 시료의 결상온도점

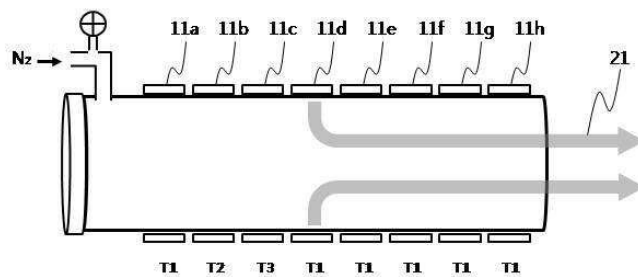
T4: 시료의 결상온도 보다 낮은 온도점

도면

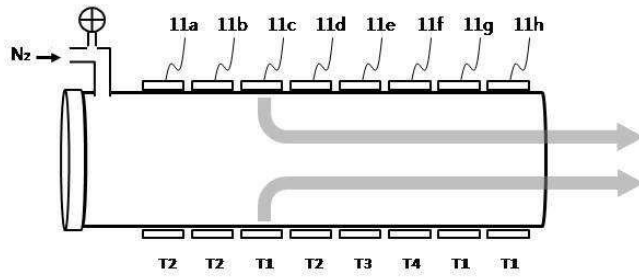
도면1



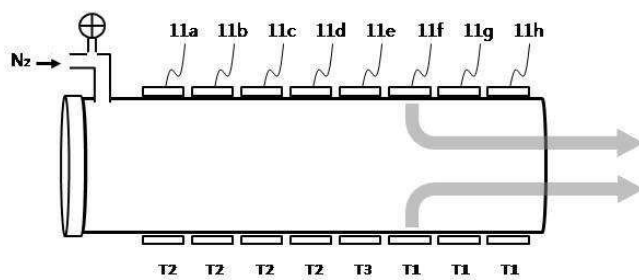
도면2



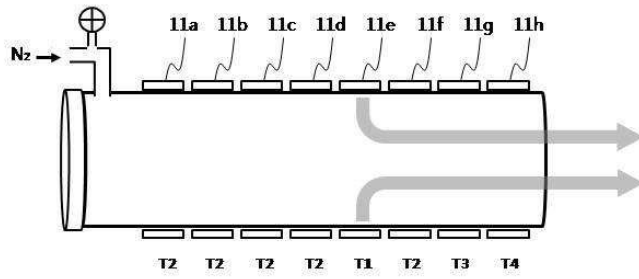
도면3



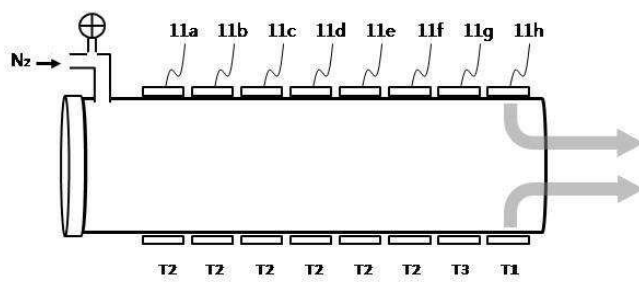
도면4



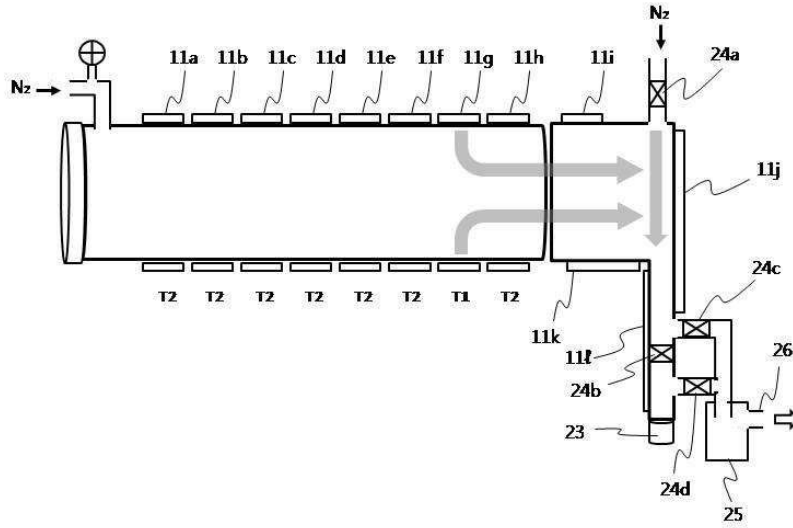
도면5



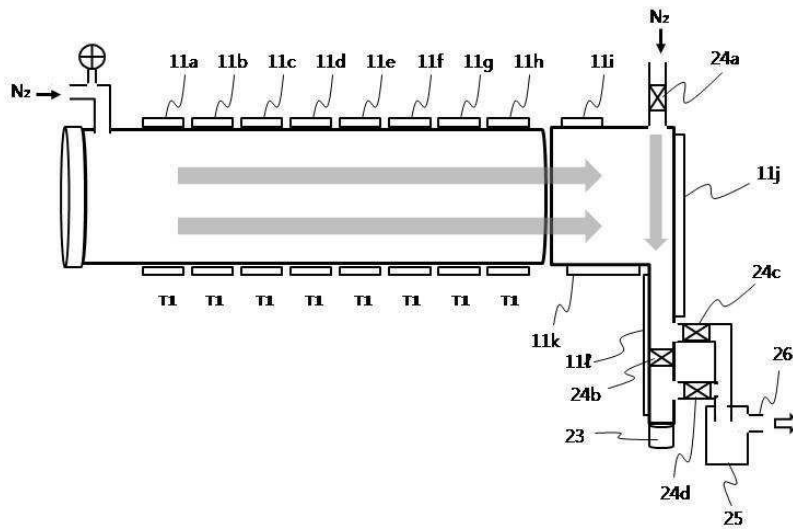
도면6



도면7



도면8



|                |                                             |         |            |
|----------------|---------------------------------------------|---------|------------|
| 专利名称(译)        | 标题：用于升华纯化有机物质的方法和设备                         |         |            |
| 公开(公告)号        | <a href="#">KR101349614B1</a>               | 公开(公告)日 | 2014-01-09 |
| 申请号            | KR1020120031129                             | 申请日     | 2012-03-27 |
| [标]申请(专利权)人(译) | KIM JEA MIN<br>金宰 - 最小                      |         |            |
| 申请(专利权)人(译)    | 金宰 - 最小                                     |         |            |
| 当前申请(专利权)人(译)  | 金宰 - 最小                                     |         |            |
| [标]发明人         | KIM JEA MIN                                 |         |            |
| 发明人            | KIM JEA MIN                                 |         |            |
| IPC分类号         | C09K11/06 C08J C09K C08J11/02 B01D B01D7/00 |         |            |
| CPC分类号         | B01D7/00                                    |         |            |
| 代理人(译)         | 宋京根                                         |         |            |
| 其他公开文献         | KR1020130109411A                            |         |            |
| 外部链接           | <a href="#">Espacenet</a>                   |         |            |

摘要(译)

本发明涉及用于获得高纯度有机电致发光材料精制材料的设备，并且提供一种制造方法，该设备可以在将改变温度条件的同时变成常规内管和外管的精炼管分类为不同的加热器附着在精制管上，收集作为加热器的温度控制和空气压力的流量控制精制的收集方法的材料，能够得到高纯度的精制材料，与划痕和收集的模式相比，材料得到了改进。图像的存在（专业参考）。

