



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106030847 B

(45)授权公告日 2018.12.11

(21)申请号 201580008439.1

(22)申请日 2015.02.11

(65)同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 106030847 A

(43)申请公布日 2016.10.12

(30)优先权数据

- 10-2014-0017496 2014.02.14 KR
- 10-2014-0017506 2014.02.14 KR
- 10-2014-0021550 2014.02.24 KR
- 10-2014-0021551 2014.02.24 KR
- 10-2014-0031872 2014.03.18 KR
- 10-2014-0057339 2014.05.13 KR
- 10-2015-0012661 2015.01.27 KR

(85)PCT国际申请进入国家阶段日  
2016.08.12

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/KR2015/001378 2015.02.11

(87)PCT国际申请的公布数据

W02015/122686 KO 2015.08.20

(73)专利权人 伊尔索勒德株式会社  
地址 韩国光州广域市

(72)发明人 金太源

(74)专利代理机构 北京三友知识产权代理有限公司 11127

代理人 李辉 金玲

(51)Int.Cl.

H01L 51/56(2006.01)

(56)对比文件

JP 特開2006-75740 A,2006.03.23,全文.

审查员 梁明明

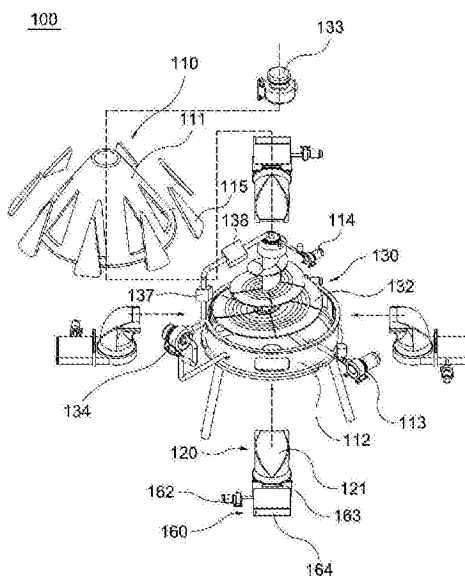
权利要求书2页 说明书22页 附图12页

(54)发明名称

利用离子性液体的有机材料提纯方法及提纯装置

(57)摘要

本发明的利用离子性液体的有机材料提纯方法包括:升华步骤(S510),对含有杂质的有机材料进行升华;捕集步骤(S520),通过使上述有机材料升华气体与流动的离子性液体接触而对上述升华气体进行捕集;以及再结晶步骤(S530),通过对捕集并溶解于上述离子性液体的上述升华气体中的提纯对象有机材料进行过饱和和处理而生成再结晶有机材料。本发明因为不需要对升华步骤中所产生的升华气体进行搬运和凝华的工程,所以能够从源头上杜绝现有的升华提纯方法中因为使用惰性搬运气体而导致的提纯试料污染问题。



1. 一种利用离子性液体的有机材料提纯方法,其特征在于,包括:  
升华步骤,对含有杂质的有机材料原料进行升华;  
捕集步骤,通过使升华气体与以横跨所述升华气体的方式进行流动的离子性液体接触而对所述离子性液体中的所述有机材料原料的上述升华气体进行溶解;以及  
再结晶步骤,由对溶解于上述离子性液体中的上述升华气体的有机材料进行过饱和处理的溶液生成再结晶有机材料。
2. 根据权利要求1所述的利用离子性液体的有机材料提纯方法,其特征在于:  
在上述捕集步骤中,上述离子性液体沿着以横跨上述升华气体飞散路径的状态安装的多个叶片的表面进行流动。
3. 根据权利要求2所述的利用离子性液体的有机材料提纯方法,其特征在于:  
上述再结晶步骤还包括再循环步骤,使上述升华气体溶解于上述离子性液体中所形成的混合液重新沿着上述多个叶片的表面再次循环。
4. 根据权利要求2所述的利用离子性液体的有机材料提纯方法,其特征在于:  
上述多个叶片以垂直轴为中心以相同角度安装,从而使上述离子性液体沿着上述叶片的表面向下方流动。
5. 根据权利要求2所述的利用离子性液体的有机材料提纯方法,其特征在于:  
上述多个叶片以水平轴为中心以相同角度安装并旋转,从而使上述离子性液体发生流动。
6. 根据权利要求1所述的利用离子性液体的有机材料提纯方法,其特征在于:  
在上述捕集步骤中,上述离子性液体以横跨上述升华气体飞散路径的方式向下流动。
7. 根据权利要求6所述的利用离子性液体的有机材料提纯方法,其特征在于:  
上述再结晶步骤还包括再循环步骤,使上述升华气体溶解于上述离子性液体中所形成的混合液重新以横跨上述升华气体飞散路径的方式再次循环。
8. 根据权利要求3或权利要求7所述的利用离子性液体的有机材料提纯方法,其特征在于:  
在上述再循环步骤中,对上述再结晶的有机材料进行分离回收之后使上述混合液循环。
9. 根据权利要求1所述的利用离子性液体的有机材料提纯方法,其特征在于:  
在上述捕集步骤中,上述离子性液体被涂布在以横跨上述升华气体飞散路径的状态安装的一个以上轧辊表面进行流动。
10. 根据权利要求9所述的利用离子性液体的有机材料提纯方法,其特征在于:  
利用刮除叶片从上述轧辊表面刮除上述升华气体溶解于上述离子性液体中所形成的混合液。
11. 一种利用离子性液体的有机材料提纯装置,其特征在于,包括:  
升华部,用于对含有杂质的有机材料原料进行升华;  
以及捕集部,与上述升华部连通,通过使升华气体与以横跨上述升华气体的方式进行流动的离子性液体接触而对上述离子性液体中的所述有机材料原料的上述升华气体进行溶解;  
其中,在上述离子性液体中捕集的上述升华气体的有机材料在上述离子性液体中被溶

解,由此生成上述离子性液体中的再结晶有机材料。

12. 根据权利要求11所述的利用离子性液体的有机材料提纯装置,其特征在于:

上述捕集部包括:

外罩,与上述升华部连通连接;

多个叶片,以横跨上述升华气体飞散路径的状态安装于上述外罩内部;

离子性液体供应手段,供应上述离子性液体使其沿着上述叶片的表面发生流动;以及  
储存手段,用于储存上述升华气体溶解于上述离子性液体中所形成的混合液以及上述再结晶有机材料。

13. 根据权利要求12所述的利用离子性液体的有机材料提纯装置,其特征在于:

上述离子性液体供应手段还包括再循环手段,使上述混合液从上述储存手段重新沿着上述多个叶片的表面再次循环。

14. 根据权利要求13所述的利用离子性液体的有机材料提纯装置,其特征在于:

上述多个叶片以上述外罩内的垂直轴为中心以相同角度安装。

15. 根据权利要求13所述的利用离子性液体的有机材料提纯装置,其特征在于:

上述多个叶片以上述外罩内的水平轴为中心以相同角度安装并旋转。

16. 根据权利要求11所述的利用离子性液体的有机材料提纯装置,其特征在于:

上述捕集部包括:

外罩,与上述升华部连通;

离子性液体供应手段,供应上述离子性液体使其以横跨上述升华气体飞散路径的方式向下跌落;以及

储存手段,用于储存上述升华气体溶解于上述离子性液体中所形成的混合液以及上述再结晶有机材料。

17. 根据权利要求16所述的利用离子性液体的有机材料提纯装置,其特征在于:

上述离子性液体供应手段还包括再循环手段,使上述混合液从上述储存手段重新以横跨上述升华气体飞散路径的方式向下跌落。

18. 根据权利要求13或权利要求17所述的利用离子性液体的有机材料提纯装置,其特征在于:

上述再循环手段还包括回收手段,在将上述储存手段内的上述混合液和上述再结晶有机材料排出到上述储存手段的外部之后,对上述再结晶有机材料进行分离回收并使上述混合液再循环。

19. 根据权利要求11所述的利用离子性液体的有机材料提纯装置,其特征在于:

上述捕集部包括:

外罩,与上述升华部连通连接;

一个以上的轧辊,以横跨上述升华气体飞散路径的状态安装于上述外罩内部;以及

离子性液体存储部,安装于上述轧辊的下部,向上述轧辊的表面供应上述离子性液体。

20. 根据权利要求19所述的利用离子性液体的有机材料提纯装置,其特征在于:

在上述轧辊的一侧部安装有刮除叶片,用于从上述轧辊表面刮除上述升华气体溶解于上述离子性液体中所形成的混合液。

## 利用离子性液体的有机材料提纯方法及提纯装置

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种利用离子性液体的有机材料提纯方法及提纯装置(METHOD AND APPARATUS FOR PURIFYING ORGANIC MATERIAL BY USING IONIC LIQUID),尤其是一种用于对可用作有机电致发光(electroluminescence)元件之发光体或搬运体的低分子有机材料实现高纯度化的利用离子性液体的有机材料提纯方法及提纯装置。此外,本发明还涉及通过上述提纯方法提纯的有机材料。

### 背景技术

[0002] 有机电致发光元件是一种在功函数高且透明的阳极和功函数低的阴极金属之间形成多个极薄的有机薄膜层的显示设备,其发光原理在于,当为元件加载低阻流向的电压时,正空穴和电子将分别从阳极电极和阴极电极注入到有机层并在发光层重新结合发光。有机电致发光具有如电力消耗低、可视角度大、响应速度快、驱动温度范围广等信息化时代所要求的所有高端面板特性,且因为制作工程相对简单,可实现超越现有平板显示屏的低价化。

[0003] 对有机电致发光元件的发光特性造成影响的主要因素在于有机材料的纯度。当有机材料中混有杂质时,上述杂质可能会成为载流子陷阱或造成消光现象,并因此导致发光强度及发光效率的下降。因此为了去除杂质,需要对有机材料进行提纯。

[0004] 有机材料在完成材料的合成之后首先会利用化学方法进行提纯处理,上述化学提纯处理方法包括再结晶(recrystallization)、蒸馏(distillation)以及柱层析(column chromatography)等。通过如上所述的化学提纯工程,可将目标化合物的纯度提升至99%以上。

[0005] 作为有机材料的提纯方法,通常,通常采取使用溶剂的再结晶或通过升华的再结晶方法。使用溶剂的再结晶方法虽然具有能够对大量的有机材料进行提纯的优点,但同时也具有可能会导致所使用的溶剂进入有机结晶中的缺点。即,进入有机结晶中的溶剂会成为杂质并因此导致发光特性下降的问题。

[0006] 作为其他提纯方式,还包括如高效液相层析法(HPLC:High Performance Liquid Chromatography)等层析方式,当使用如上所述的层析方式进行提纯时,相对于单纯的化学提纯工程,能够达到更高的纯度级别。但是在大多数情况下,这种层析方式只适用于分析目的,并不能有效地适用于大量生产的材料的提纯处理中。

[0007] 有机发光材料通常采用升华提纯方法进行提纯处理。升华(sublimate)是指,在相平衡图上三相点以下的温度和压力下发生的固相-气相之间的转移现象。即使是在常压状态下加热时会发生热分解的物质,在三相点以下的较低压力下,仍然能够保持即使温度较高也不会发生分解的状态。真空升华法(vacuum sublimation method)是指,利用如上所述的性质,在可对温度梯度进行控制的升华装置内部通过对合成物质进行加热,在物质不发生分解的状态下将其与升华点不同的其他杂质进行分离的操作。如上所述的真空升华法是一种纯粹的物理方法,不依赖于辅助试剂的使用或其他化学方法,因此没有试剂污染,具有

能够实现高纯度提纯的优点,是众所周知的最有效的有机电致发光元件用有机材料提纯方法。

[0008] 目前为止使用最为广泛的有机材料超高纯度提纯方法为倾斜加热式真空升华提纯方法(vacuum train sublimation purification method)。在这种方式中,通过将长管形状的接近真空状态的腔室分成多个加热区域并在各个加热区域中以从高温到低温的方式倾斜加热,从而形成温度梯度。利用在上述腔室内部升华的材料的升华点差异,捕集仅在特定的加热区域析出的材料。

[0009] 通常在现有的真空升华提纯方法中,适用如下所述的工程条件。

[0010] (1) 将加热区域分割成3至9个区域。当区域分割数量较少时,采取单纯的高温、中温、低温方式;而当区域分割数量较多时,除采集试料的区域之外,在温度梯度范围内对各个区域的加热温度进行设定。

[0011] (2) 试料进料区域设置于真空泵的相反位置。

[0012] (3) 虽然会根据材料的特性而有所差异,但注入搬运气体之前的初始腔室压力通常在 $10^{-2} \sim 10^{-6}$  torr范围内,而注入搬运气体一侧的压力将调节为保持0.1至几torr的范围。作为搬运气体,使用无反应性的高纯度氮气或氩气。

[0013] (4) 为了保证搬运气体的流畅移动,在投入试料时应尽可能避免超过管直径的1/2。此时,也可以使用小船形状的进料器具。

[0014] 在现有的真空升华提纯方法中使用搬运气体的目的在于,使真空升华状态下的试料移动能够更加流畅。即在接近于真空的状态下,当没有搬运气体时会造成所升华的试料分子流动不畅,从而在与试料进料区域非常接近的区域墙面中出现固态粒子析出现象。因此在现有的真空升华提纯工程中,搬运气体的使用成为了基本的工程条件。

[0015] 但是如上所述的现有的真空升华提纯方法,具有下述几种缺点。现有的真空升华提纯方法的最大问题在于,因为受到搬运气体的影响,超高纯度物质中的一部分区域会受到污染。即,搬运气体会使位于试料进料区域中的原始试料飞散,从而导致实际形成的超高纯度物质的析出区域受到污染的问题。此外,还有可能导致已经形成的超高纯度物质的析出区域被逐渐移动至第3区域的现象。

[0016] 搬运气体不仅会在工程中造成上述不良影响,而且在投入大量试料时会对装备造成过大的压力,导致所升华试料中的一部分污染真空泵的现象。为了防止这种现象,即使将捕集装置安装成大容量构造,仍然会导致真空泵性能下降的问题。

[0017] 现有的真空升华提纯方法的另一缺点在于,真空排气(venting)时的飞散现象。在真空排气时,通过将氮气注入到腔室内部形成常压状态,在这种情况下,可能会导致腔室内已完成提纯工程的各个试料之间的飞散现象。这种现象在提纯用玻璃管(或水晶管)的两端全部开放时尤为严重,因此而导致的已提纯物质被污染的现象也时有发生。

[0018] 总的来说,升华提纯方法虽然具有能够利用有机材料的升华点差异将原料物质提纯成高纯度有机材料的优点,但同时也具有如下所述的多种问题。

[0019] (1) 在重复实施升华-凝华的提纯过程中,因为会有相当多的有机物质和搬运气体一起被排出到外部,这不仅会造成相对于原始物质的最终提纯物质收益率降低的问题,还会导致真空泵污染的问题。

[0020] (2) 在高度真空状态下注入搬运气体的过程中,会因为未经提纯的原始试料飞散

而造成污染问题;而且在为了捕集提纯后的有机材料而进行真空排气的过程中,会因为已完成提纯的各个试料之间的飞散现象而导致所需有机材料的最终纯度降低的问题。

[0021] (3)在完成提纯工程之后为了回收提纯物质,需要使整个系统的真空状态恢复至常压状态并停止系统的运行,所以很难实现全自动化。

[0022] (4)因此需要反复进行提纯工程并造成过多的额能源消耗,并最终导致有机材料成本上升的问题。

## 发明内容

[0023] 技术问题

[0024] 本发明的目的在于解决上述现有技术中的问题而提供一种利用离子性液体的有机材料提纯方法及提纯装置,通过将含有杂质的有机材料加热至升华点生成有机材料升华气体之后,使上述有机材料升华气体与流动的离子性液体发生接触、捕集和溶解从而进行再结晶,并借此简单地、大批量地实现有机材料和杂质的分离提纯生产。

[0025] 此外,本发明的另一目的在于提供利用上述提纯方法进行提纯的有机材料。

[0026] 用于解决问题的手段

[0027] 为了实现上述目的,适用本发明的利用离子性液体的有机材料提纯方法包括:升华步骤,对含有杂质的有机材料进行升华;捕集步骤,通过使上述有机材料升华气体与流动的离子性液体接触而对上述升华气体进行捕集;以及再结晶步骤,通过对捕集并溶解于上述离子性液体的上述升华气体中的提纯对象有机材料进行过饱和处理而生成再结晶有机材料。

[0028] 此外,本发明的特征在于:在上述捕集步骤中,上述离子性液体沿着以横跨上述升华气体飞散路径的状态安装的多个叶片的表面进行流动。

[0029] 此外,本发明的特征在于,上述再结晶步骤还包括:再循环步骤,使上述升华气体溶解于上述离子性液体中所形成的混合液重新沿着上述多个叶片的表面再次循环。

[0030] 此外,本发明的特征在于:上述多个叶片以垂直轴为中心以相同角度安装,从而使上述离子性液体沿着上述页面的表面向下方流动。

[0031] 此外,本发明的特征在于:上述多个叶片以水平轴为中心以相同角度安装并旋转,从而使上述离子性液体发生流动。

[0032] 此外,本发明的特征在于,在上述捕集步骤中,上述离子性液体以横跨上述升华气体飞散路径的方式向下流动。

[0033] 此外,本发明的特征在于,上述再结晶步骤还包括:再循环步骤,使上述升华气体溶解于上述离子性液体中所形成的混合液重新以横跨上述升华气体飞散路径的方式再次循环。

[0034] 此外,本发明的特征在于:在上述再循环步骤中,对上述再结晶的有机材料进行分离回收之后使上述混合液循环。

[0035] 此外,本发明的特征在于:在上述捕集步骤中,上述离子性液体被涂布在以横跨上述升华气体飞散路径的状态安装的一个以上轧辊表面进行流动。

[0036] 此外,本发明的特征在于:上述刮除叶片用于从上述轧辊表面刮除上述升华气体溶解于上述离子性液体中所形成的混合液。

[0037] 此外为了实现上述目的,适用本发明的利用离子性液体的有机材料提纯装置,其特征在于包括:升华部,对含有杂质的有机材料进行升华;以及捕集部,与上述升华部连通,通过使上述有机材料升华气体与流动的离子性液体接触而对上述升华气体进行捕集。其中,上述捕集部通过对捕集并溶解于上述离子性液体的上述升华气体中的提纯对象有机材料进行过饱和处理而生成再结晶有机材料。

[0038] 此外,本发明的特征在于,上述捕集部包括:外罩,与上述升华部连通连接;多个叶片,以横跨上述升华气体飞散路径的状态安装于上述外罩内部;离子性液体供应手段,供应上述离子性液体使其沿着上述叶片的表面发生流动;以及储存手段,用于储存上述升华气体溶解于上述离子性液体中所形成的混合液以及上述再结晶有机材料。

[0039] 此外,本发明的特征在于,上述离子性液体供应手段还包括:再循环手段,使上述混合液从上述储存手段重新沿着上述多个叶片的表面再次循环。

[0040] 此外,本发明的特征在于:上述多个叶片以上述外罩内的垂直轴为中心以相同角度安装。

[0041] 此外,本发明的特征在于:上述多个叶片以上述外罩内的水平轴为中心以相同角度安装并旋转。

[0042] 此外,本发明的特征在于,上述捕集部包括:外罩,与上述升华部连通;离子性液体供应手段,供应上述离子性液体使其以横跨上述升华气体飞散路径的方式向下跌落;以及储存手段,用于储存上述升华气体溶解于上述离子性液体中所形成的混合液以及上述再结晶有机材料。

[0043] 此外,本发明的特征在于,上述离子性液体供应手段还包括:再循环手段,使上述混合液从上述储存手段重新以横跨上述升华气体飞散路径的方式向下跌落。

[0044] 此外,本发明的特征在于,上述再循环手段还包括:回收手段,在将上述储存手段内的上述混合液和上述再结晶有机材料排出到上述储存手段的外部之后,对上述再结晶有机材料进行分离回收并使上述混合液再循环。

[0045] 此外,本发明的特征在于,上述捕集部包括:外罩,与上述升华部连通连接;一个以上的轧辊,以横跨上述升华气体飞散路径的状态安装于上述外罩内部;离子性液体存储部,安装于上述滚轴的下部,向上述轧辊的表面供应上述离子性液体。

[0046] 此外,本发明的特征在于:在上述轧辊的一侧部安装有刮除叶片,用于从上述轧辊表面刮除上述升华气体溶解于上述离子性液体中所形成的混合液。

[0047] 此外为了实现上述目的,适用本发明的有机材料,其特征在于:作为利用如上所述的提纯方法提纯出的有机材料,上述有机材料的表面被上述离子性液体中的成分所保护。

[0048] 发明效果

[0049] 本发明不需要对升华步骤中所产生的升华气体进行搬运和凝华的工程。所以,能够从源头上杜绝现有的升华提纯方法中因为使用惰性搬运气体而导致的提纯试剂污染问题。

[0050] 此外,本发明通过使升华步骤中所产生的升华气体无损地与离子性液体发生接触并对其进行捕集和溶解,能够使有机材料全部得到提纯而不会在提纯过程中泄漏到外部,从而将提纯收益率提升至95%以上。

[0051] 此外,本发明通过在杂质过饱和再结晶之前仅使提纯对象有机材料优先地在离子

性液体中再结晶并析出,能够划时代地将提纯有机材料的纯度提升至99.95%以上。

[0052] 此外,本发明通过回收含有杂质的离子性液体并对其进行单独的提纯处理,能够再次将其用作适用本发明的离子性液体,不仅能够实现环保目的还能够降低提纯成本。

[0053] 此外,本发明通过调整装置的容量,能够在大量的离子性液体中投入有机材料至离子性液体的过饱和界限状态,从而实现有机材料的大批量提纯,并借此大幅度地降低提纯成本。

## 附图说明

[0054] 图1及图2分别是适用本发明第1实施例的利用离子性液体的垂直型有机材料提纯装置的结构分解斜视图以及结合斜视图。

[0055] 图3是部分截取图2所示的有机材料提纯装置的结合斜视图。

[0056] 图4是图3所示的叶片的结构关系细节图。

[0057] 图5是图1所示的升华手段的结合关系细节图。

[0058] 图6是图5所示的升华手段进料船的更换方式细节图。

[0059] 图7是图1所示的驱动电机的驱动方式以及外罩上端的结合关系细节图。

[0060] 图8是在图3所示的回收手段中追加安装收集部件的概念图。

[0061] 图9是部分截取安装图1所示的捕集手段之变形例的有机材料提纯装置的结合斜视图。

[0062] 图10是部分截取安装图1所示的捕集手段之另一变形例的有机材料提纯装置的结合斜视图。

[0063] 图11是适用本发明第2实施例的利用离子性液体的水平型有机材料提纯装置的结构概念图。

[0064] 图12是适用本发明第3实施例的利用离子性液体的喷雾型有机材料提纯装置的结构概念图。

[0065] 图13是适用本发明第4实施例的利用离子性液体的轧辊型有机材料提纯装置的结构概念图。

[0066] 图14是适用本发明的利用离子性液体的有机材料提纯方法流程图。

[0067] 图15是用于制作水平型有机材料提纯装置的设计图。

[0068] 图16是利用图15所示的水平型有机材料提纯装置进行提纯前后的HTL材料在不同大气暴露时间下的Raman PL特性变化测定结果图表。

[0069] 图17是利用图15所示的水平型有机材料提纯装置进行提纯前后的HTL材料在不同大气暴露时间下的PL特性变化测定结果图表。

[0070] 图18是利用图15所示的水平型有机材料提纯装置进行提纯前后的HTL材料在不同大气暴露时间下的表面形状变化SEM(x 1k)照片。

[0071] 图19是利用图15所示的水平型有机材料提纯装置进行提纯后的有机材料特性XPS图表。

[0072] 图20是在120℃条件下对提纯后的有机材料进行1分钟的热处理之后利用XPS对表面组成进行分析的图表。

### 具体实施方式

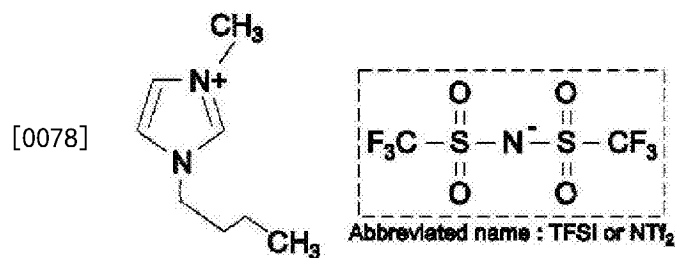
[0073] 下面,结合附图对适用本发明的利用离子性液体的有机材料提纯方法以及提纯装置的较佳实施例进行详细说明。

[0074] 离子性液体(ionic liquid)是一种由阳离子和阴离子的离子结合组成的类似于盐的物质,在100℃以下以液体状态存在且在高温下也能够保持稳定的液体状态,因为其蒸汽压接近于0,所以被称之为“绿色溶剂(Green Solvent)”,目前作为环保型溶剂而备受关注。此外,离子性液体因为能够溶解多种无机物、有机物、高分子物质且能够轻松地变化其疏水性、溶解度、年度、密度等物理化学特性而被称之为“可设计溶剂(Designer Solvent)”,理论上可实现 $10^{18}$ 种以上的合成,是一种具有无限潜能的溶剂。即,离子性液体不仅具有现有的有机溶剂所不具有的多种特性,还具有能够根据用户的目的选择合成溶剂的优点。(离子性液体的最新研究动态1-综述,仁荷大学超精密生物分离技术研究所,李相贤、何成虎)

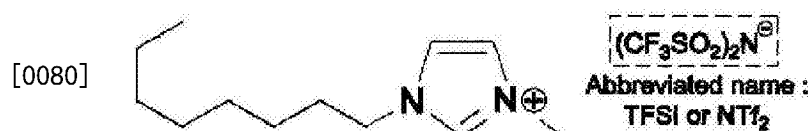
[0075] 此外,离子性液体因为能够通过阳离子和阴离子结构变化,轻松地变化其不挥发性、不可燃性、热稳定性、高离子电离度、电化学稳定性、高沸点等物理化学特性,所以被人们推崇为多功能性“可设计溶剂”。因为能够提升酶的活性和稳定性、轻松实现分离过程且环保性/经济性良好,上述离子性液体预计将在日后被广泛应用于各个领域。(Thi Phuong Thuy Pham,Chul-Woong Cho,Yeoung-Sang Yun,“Environmental fate and toxicity of ionic liquids:A review”,Water Research,44,2010,pp.352-372)

[0076] 作为适用本实施例的离子性液体,可使用如化学式1所示的1-丁基-3-甲基咪唑双(三氟甲基磺酰基)亚胺(1-Butyl-3-methylimidazolium bis(trifluoromethyl sulfonyl) imide) (BMIM TFSI),或如化学式2所示的1-丁基-3-甲基咪唑双(三氟甲基磺酰基)亚胺(1-Octyl-3-methylimidazolium bis(trifluoromethyl sulfonyl) imide) (OMIM TFSI)。此外,也可以使用1-乙基-3-甲基咪唑双(三氟甲基磺酰基)亚胺(1-Ethyl-3-methylimidazolium bis(trifluoromethyl sulfonyl) imide) (EMIM TFSI)。

[0077] 化学式1



[0079] 化学式2



[0081] 如上所述的离子性液体(BMIM TFSI、OMIM TFSI、TMIM TFSI)属于非挥发性有机溶剂,能够根据有机(organic)物质和杂质在离子性液体中不断重复溶解-再结晶的过程中更早到达过饱和状态的有机材料优先再结晶的原理,将其用于多种有机材料的提纯和再结晶

目的。

[0082] 此外, BMIM TFSI、OMIM TFSI、EMIM TFSI还具有低熔点(low melting point)、低蒸汽压(low vapor pressure)、不可燃性(nonflammable)、有机分子离子构成(consist of organic molecular ions)、阴阳离子间组合比率的可调节性(controllable properties by combinations of anions and cations)等特性。

[0083] 适用本实施例的离子性液体用于对有机材料进行提纯及再结晶, 在100~120℃、 $10^{-7}$ Torr下也能够保持稳定的液体状态, 因此在真空工程中也可将其作为溶剂使用。

[0084] 此外, 作为构成OLED的核心材料, 大体上可分为电荷输送用材料(正空穴注入层、正空穴输送层、电子注入层、电子输送层)和发光用材料(荧光材料、磷光材料以及各掺杂物)。如上所述的OLED的整体厚度约为100~200nm, 是一种超薄薄膜。此外, 电荷输送用材料中的正空穴传导物质包括如NPB(N, N'-bis(naphthalen-1-yl)-N, N'-bis(phenyl-benzidine)、TPD(N, N'-Bis-(2-methylphenyl)-N, N'-bis(phenyl)-benzidine)、NPD(N, N'-Di(naphthalen-1-yl)-N, N'-dibenzylbenzidine)、CuPc(Copper Phthalocyanine)、MTDATA(4, 4', 4''-tris(2-methylphenylamino) triphenylamine)等, 电子传导物质包括Alq3(Tri-(8-hydroxy-chinolinato)-aluminium)、DTVBi(4, 4-Bis(2, 2-diphenyethen-1-yl)-diphenyl)等化合物, 而发光用物质包括Alq3、香豆素(coumarine)衍生物、喹吡啶酮(quinacridone)衍生物、红荧烯(rubrene)等。

[0085] 因此, 作为适用本实施例的有机材料原料, 可使用NPB材料。其中, NPB的升华点为180℃以上。因此, 将用于装载有机材料原料的进料船加热至200℃以上就会发生升华。

[0086] 除上述物质之外, 还有多种用于制作OLED元件的沉积物质(有机材料原料)。即, 本发明可以将构成OLED电荷输送用材料或发光用材料的多种有机材料作为原料使用。

[0087] 除了上述用于制作OLED元件的低分子有机发光材料之外, 还有如有机TFT材料、有机太阳能电池材料、有机半导体材料等多种有机材料。本发明能够用于对如上所述的适用于多种不同领域的有机材料进行提纯, 但下面将以OLED用有机材料为例进行说明。

[0088] 下面, 结合附图对适用本发明的利用离子性液体的有机材料提纯装置的较佳实施例进行详细说明。

[0089] <第1实施例>

[0090] 图1及图2分别是适用本发明第1实施例的利用离子性液体的垂直型有机材料提纯装置的结构分解斜视图以及结合斜视图, 图3是部分截取图2所示的有机材料提纯装置的结合斜视图, 图4是图3所示的叶片的结构关系细节图, 图5是图1所示的升华手段的结合关系细节图。此外, 图6是图5所示的升华手段进料船的更换方式细节图, 图7是图1所示的驱动电机的驱动方式以及外罩上端的结合关系细节图, 图8是在图3所示的回收手段中追加安装收集部件的概念图。

[0091] 如图1所示, 适用本实施例的有机材料提纯装置100, 大体上包括: 升华部, 用于对含有杂质的OLED用有机材料进行升华; 捕集部, 与升华部连通安装, 通过使有机材料升华气体与流动的离子性液体接触从而对升华气体进行捕集。其中, 捕集部用于使被离子性液体捕集并溶解的升华气体中的主要构成成分即提纯对象有机材料首先发生过饱和, 从而生成再结晶的高纯度有机材料。

[0092] 如图1至图4所示, 上述捕集部包括: 外罩110, 具有一定的内部容积, 处于真空状

态;捕集手段130,通过使升华的有机材料升华气体与离子性液体接触从而对升华气体进行捕集;以及再结晶手段140,使在捕集手段130中被离子性液体捕集并溶解的升华气体中的主要构成成分即提纯对象有机材料首先发生过饱和,从而生成再结晶的高纯度有机材料。

[0093] 如图5及图6所示,升华部包括:多个升华手段120,分别与外罩110的下部连通,对含有杂质的OLED用有机材料原料进行加热使其升华。

[0094] 此外,适用本实施例的提纯装置100还包括:控制手段(未图示),用于对升华手段120、捕集手段130以及再结晶手段140的动作进行控制为宜。

[0095] 外罩110具有与外部密封隔离的一定的内部容积,包括:上部外罩111,构成外罩110的上部;下部外罩112,与上述上部外罩111的下部结合;主真空泵113,用于将外罩110的内部制成真空状态;以及辅助真空泵114,用于对外罩110内部的真空度进行精细调节。

[0096] 升华手段120包括:升华腔室121,与下部外罩112结合;进料船122,安装于升华腔室121的内部,用于装载有机材料原料;以及加热器(未图示),用于对进料船122进行加热。

[0097] 此外,捕集手段130包括:轴131,中空形态,沿着外罩110的中心轴安装;叶片132,沿着轴131的外周面以螺旋状安装;驱动电机133,与轴131的上端结合,用于提供动力;泵134,用于向轴131的内部提供离子性液体;以及多个供应孔135,形成于轴131中,用于沿着叶片132的上表面以及下表面供应离子性液体。

[0098] 下面,结合图1至图4对外罩110的结构进行更详细的说明。

[0099] 上部外罩111采用圆锥形为宜。即,上部外罩111采用其内径从上到下逐渐增加的圆锥形为宜。这是为了增加在结合到下部外罩112侧面中的多个升华手段120的作用下升华的有机材料升华气体与下部的接触面积,从而提高升华气体的再结晶效率。但是上部外罩111的形状并不限定于圆锥形,也可采用具有一定内部溶剂的圆柱形或多角筒形。此外,在上部外罩111中配备用于从外部对在其内部进行的再结晶过程等进行确认的多个透明窗口115为宜。即,上部外罩111整体使用不锈钢材质制成,其中每隔一定距离形成一个透明窗口115即可。其中,透明窗口115使用玻璃材质制成。此外,也可以使用透明的玻璃材质制成整个上部外罩111。

[0100] 此外,上部外罩111还包括:加热器(未图示),用于对上部外罩111的内部温度进行调节。其中,加热器安装于构成上部外罩111的不锈钢材质的表面,例如可安装面状发热体。但是在使用透明的玻璃材质制成整个上部外罩111时,沿着上部外罩111的外周面按照一定的上下间隔安装带状加热器为宜。这是为了在将加热器安装到上部外罩111中的状态下,能够以一定的间隔对外罩110的内部进行观察。按照如上所述的方式安装的加热器,用于对离子性液体进行加热并对上部外罩111内部的温度环境进行调节,从而对有机材料升华气体溶解于离子性液体中的溶解度进行调节。

[0101] 此外,适用本实施例的有机材料提纯装置100,安装于上部外罩111的外侧并通过经由透明窗口115照射红外线(infrared ray)的方式对轴131以及叶片132进行加热,从而对上部外罩111的内部温度进行调节为宜。此外,也可以通过在轴131以及叶片132的内部安装加热丝的方式对上部外罩111的内部温度进行调节。

[0102] 下部外罩112与上部外罩111的下部结合,采用圆筒形。此外,下部外罩112的下部包括:储存槽(储存手段)141,用于收集在有机材料的再结晶过程中所使用的离子性液体、溶解有升华气体的离子性液体(混合液)以及再结晶的有机材料。其中,储存槽141作为构成

再结晶手段140的一部分的结构要素,由下部外罩112下部中的一部分构成,具有一定的内部容积。此外,为了使离子性液体以及再结晶有机材料能够更加有效地聚拢在一起,储存槽141采用向中心下部逐渐变细的圆锥形为宜。

[0103] 此外,下部外罩112还包括:加热器(未图示),用于对下部外罩112的内部温度以及储存于储存槽141等中的离子性液体以及再结晶有机材料的温度进行调节。其中,加热器安装于构成下部外罩112的不锈钢材质的表面(包括下表面),例如可安装面状发热体。

[0104] 主真空泵113用于将外罩110的内部制成真空状态,通过真空管与下部外罩112的一侧连通。此外,辅助真空泵114用于对外罩110内部的真空度进行精细调节,通过真空管与用于密封上部外罩111的密封部件117的一侧连通。在各个真空泵113、114的真空管中分别安装有节流阀(throttle valve)218、219。

[0105] 下面,结合图5至图6对升华手段120的结构进行更详细的说明。

[0106] 升华腔室121与下部外罩112的内部连通结合,采用能够在其内部收容进料船122的大小以及能够使有机材料升华气体流畅地流动到下部外罩112一侧的结构。即,升华腔室121采用进料船122所处的下部较宽而与下部外罩112的内部连通的上部较窄的结构。

[0107] 此外,在升华腔室121的内部还可包括:遮板(未图示),用于在聚集从进料船122升华的有机材料升华气体之后使其一次性地流动到下部外罩112一侧。此外在升华腔室121的外侧面还包括:加热器(未图示),使用面状发热体等,通过对升华腔室121的内部进行加热使进料船122内部的有机材料原料能够更加有效地升华,同时防止所升华的有机材料升华气体在升华腔室121的内侧面再结晶为宜。

[0108] 进料船122位于升华腔室121的下部,在其下部具有加热器(加热手段,未图示)。此外,进料船122采用能够在其上部装载提纯对象有机材料原料的形态。此外,为了使有机材料原料能够被均匀加热即为了增加接触面积,进料船122中有机材料原料的收容部可采用形成多个凸起的形状(梳子形状)或波形形状。

[0109] 加热器(加热手段)起到使进料船122内的有机材料原料发生升华的热源作用,可包括电子加热、电磁加热以及电子束加热方式。例如,可使用热蒸发(thermal evaporation)、激光束(laser beam)、微波(microwave)或电磁加热(magnetic heating)方式等。在使用如上所述的加热器或其他方式对有机材料原料进行升华时,首先从较低的温度加热至升华点之前的温度,并在间隔1~5分钟之后再将其加热至升华点以上进行升华为宜。

[0110] 下面,结合图1至图4、图7以及图8对捕集手段130的结构进行更详细的说明。

[0111] 轴131是沿着外罩110的中心轴安装,采用中空形状。此时,轴131的上端及下端部分分别以可旋转的形式结合到外罩110的上部以及下部结合并得到支撑。即,轴131的上端以可旋转的形式结合到用于密封上部外罩111上部的密封部件117中并得到支撑,而轴131的下端以可旋转的形式结合到固定于下部外罩112内侧面中的支撑部件并得到支撑。其中,为了尽可能避免支撑部件136与有机材料升华气体发生接触,将其安装于比升华腔室121的烟筒部分更低的下部为宜。

[0112] 叶片132是沿着轴131的外周面以螺旋状安装,因为外罩110采用圆锥形,因此采用与其对应的从上部向下部宽度逐渐增加的形态。即,叶片132以横跨升华气体飞散路径的状态安装于外罩110内部,以外罩110内的垂直轴为中心以相同角度安装。此外,当采用圆筒状

的外罩110时,叶片132的宽度应采用相同大小的结构。此外,叶片132的大小采用其端部几乎紧贴于外罩110内侧面大小为宜。即,使叶片132在旋转时以与外罩110的内侧面接触的状态旋转为宜。这是为了能够将沿着叶片132流动的离子性液体涂布在外罩110的整个内侧面中,并更加有效地分离回收在外罩110的内侧面再结晶的有机材料。

[0113] 此外,叶片132采用从上部向下部顺时针方向的螺旋状形态。这是为了使有机材料升华气体能够顺利地由外罩110的下部向上部流动。借此,叶片132还能够起到使有机材料升华气体流动的流动媒介作用。其中,在采用上述结构的叶片132时,可能会使沿着叶片132的上表面以及下表面流动的离子性液体受到强迫其向外罩110的上部流动的作用力。但是在叶片132旋转时所产生的旋转力虽然能够有效地使升华气体发生流动,但却不足以使离子性液体发生流动,所以不需要担心会出现离子性液体向外罩110的上部流动的现象。

[0114] 此外,叶片132还可包括:多个销孔132a,不仅能够减少使离子性液体向外罩110的上部流动的作用力,还能够起到使离子性液体向下部流动的通道作用。此外,叶片132还可包括:多个曲线形凹槽132b,引导离子性液体使其能够更加流畅地向外罩110的下部流动(参阅图4)。

[0115] 此外,叶片132还可包括:多个涡轮型叶片,以一定的上下间隔固定于轴131中,代替上述连续螺旋型叶片。即,通过采用非连续型的叶片132结构,能够通过相互之间的空隙使离子性液体向下部方向流动。当采用上述结构的非连续型叶片132结构时,不再需要为了使离子性液体向下部流动而配备如上所述的多个销孔132a或多个曲线形凹槽132b。

[0116] 驱动电机133通过结合到轴131的上端提供所需的动力,使用一般的电机。其中,驱动电机133采用齿轮齿合结构结合到轴131的上端(参阅图7)。

[0117] 泵134用于将由外部供应的离子性液体和/或已用于有机材料再结晶处理的离子性液体(混合液)供应至轴131的内部。因此,泵134将分别与用于供应新的离子性液体的流入管(未图示)、用于使离子性液体循环的循环管、以及向轴131供应新的离子性液体和/或循环使用的离子性液体的供应管。其中,包括泵在内的管类部件起到使离子性液体经由轴131的内部在叶片的表面流动的离子性液体供应手段作用。此外,泵134等还起到将收集到储存槽141中的混合液再次循环至捕集手段130一侧的再循环手段作用,同时也是通过使混合液与升华气体反复接触而使有机材料在离子性液体中过饱和及再结晶的再结晶手段140中的结构部件。其中,供应管与轴131的一侧连通,而循环管与外罩110的储存槽141连通。此外,适用本实施例的再循环手段采用在将泵134安装于外罩110外部的状态下经由外部实现再循环的方式,但也可以采用在将泵等安装在外罩110内部的状态下经由轴131等实现再循环的方式。在采用如上所述的内部循环结构时将不需要单独考虑真空条件问题,所以具有能够简化其结构的优点。

[0118] 再循环手段还可包括:回收手段,在将储存槽141内的混合液和再结晶有机材料排出到储存槽141的外部之后,对再结晶有机材料进行分离回收并使混合液再次循环。如上所述的回收手段,包括:回收容器137,对在泵134的作用下沿着供应管供应的混合液中的再结晶有机材料进行分离储存;循环泵138,使在回收容器137中分离出的混合液再次循环至捕集手段130一侧。其中,回收容器137包括:通过过滤或离心分离等方式分离出再结晶有机材料的装置。如上所述的回收手段,在再结晶有机材料无法沉淀到离子性液体的下部而漂浮在离子性液体的表面或混合在离子性液体的内部时使用为宜。

[0119] 此外,轴131还包括:多个供应孔135,用于沿着叶片132的上表面以及下表面供应离子性液体(参阅图4)。其中,多个供应孔135沿着叶片132相距一定间隔形成,且为了能够沿着叶片132的上表面以及下表面供应离子性液体,在叶片132的上表面以及下表面分别形成多个。如上所述的多个供应孔135,起到在离子性液体的压力增加时喷射离子性液体的喷嘴作用。其中,供应孔135采用如扩散喷嘴的能够以喷雾方式喷射离子性液体的结构为宜。

[0120] 适用本实施例的捕集手段130在利用泵134以一定的压力将离子性液体供应至轴131的内部的的同时借助于驱动电机133的驱动力使轴131发生旋转,从而将离子性液体供应至叶片132的上表面以及下表面,使叶片132的上表面以及下表面和外罩110的内侧面整体被离子性液体涂布。即,适用本实施例的捕集手段130,是通过借助于驱动电机133驱动力的强制流动方式供应离子性液体。

[0121] 其中,捕集手段130除了上述强制流动方式之外,还可以采用借助于重力的非强制流动方式。通常,离子性液体具有一定强度的粘性。因此能够利用上述离子性液体的特性供应离子性液体,使离子性液体能够沿着叶片132的上表面和/或下表面发生流动。

[0122] 此外,适用本实施例的有机材料提纯装置100,可通过主真空泵113和/或辅助真空泵114,利用外罩110内部的真空度差异或利用单独的如惰性气体等搬运气体,使升华气体能够更流畅地向上部移动。当使用搬运气体时,需要在外罩110的一侧及另一侧分别安装搬运气体供应源以及排出泵。

[0123] 此外,适用本实施例的有机材料提纯装置100还可包括:回收手段150,用于对通过提纯析出沉淀至储存槽141下部的有机材料进行回收;以及更换手段160,用于对装载有有机材料原料的新进料船和已完成有机材料原料升华的空进料船进行更换。

[0124] 回收手段150包括:回收桶151,与形成于储存槽141下端的连接线152连接;两个阀门153,相距一定间隔安装于储存槽141和回收桶151之间的连接线152中,用于控制离子性液体等的移动;以及真空泵154,安装于两个泵153之间,用于将连接线152制成真空状态。其中,回收桶151采用可与连接线152分离和结合的结构。

[0125] 借此,回收桶151中将逐渐堆积提纯析出的有机材料。此外,当回收桶151内的有机材料达到一定量之后,可关闭两个阀门153并从连接线152分离出回收桶151,从而回收有机材料。此外,在向连接线152连接新的回收桶151时,应首先将新的回收桶151连接到连接线152中,然后再打开与回收桶151相邻的阀门153。接下来利用这真空泵154将连接线152制成真空状态,最后打开剩下的阀门153。

[0126] 此外,回收手段150还可包括:收集部件155,用于将通过再结晶沉淀至储存槽141底部中的有机材料收集到回收桶151中。其中,收集部件155被结合到轴131的下端,利用轴131的动力发生旋转。此外,作为收集部件155可使用刮刀(scraper)。如上所述的回收手段150,在再结晶的有机材料被沉淀至离子性液体底部的情况下使用为宜。

[0127] 更换手段160包括:腔室(Chamber)261,可选择性地与升华腔室121的一侧以及大气状态的外部开合连通,从而投入新的进料船并回收空进料船;真空泵162,将腔室161的内部制成真空状态;以及开合装置163、164,分别选择性地与可选择性地与外罩110的一侧以及大气状态的外部开合连通。

[0128] 此外,更换手段160的腔室161也可采用在LCD装备中普遍采用的负荷固定舱(Load Lock Chamber)构成,利用能够在外罩110、负荷固定舱或大气状态的外部之间对将安装于

负荷固定舱内部的进料船进行移动的移动机器人(未图示)自动更换进料船。

[0129] 图9是部分截取安装图1所示的捕集手段之变形例的有机材料提纯装置的结合斜视图。如图9所示,适用变形例的捕集手段130A具有沿着轴131的外周面安装的多个叶片132A,其他结构要素与捕集手段130相同。其中,叶片132A沿着垂直方向排列且从上部向下部形成顺时针方向的旋转角。即,叶片132A从一侧端部到另一侧端部形成如大约 $120^{\circ}$ 左右的旋转角位相差。即,多个叶片132A以横跨升华气体飞散路径的状态安装于外罩110内部,以外罩110内的垂直轴为中心以相同角度安装。

[0130] 图10是部分截取安装图1所示的捕集手段之另一变形例的有机材料提纯装置的结合斜视图。如图10所示,适用另一变形例的捕集手段130B,包括:多个叶片132B,沿着轴131长度方向的外周面以相同间距安装;多个喷射管139,与多个供应孔135连通连接,向叶片132B的表面以及上部外罩111的内侧面喷射被供应至轴131内部的离子性液体;其他结构要素与捕集手段130相同。其中,叶片132B沿着轴131长度方向的外周面以相同间距安装,安装于升华气体飞散路径上进行旋转。即,多个叶片132B以横跨升华气体飞散路径的状态安装于外罩110内部,以外罩110内的垂直轴为中心以相同角度安装。

[0131] 此外,为了能够将离子性液体均匀地喷射到叶片132B的表面以及上部外罩111的内侧面,喷射管139以三角形形态在上下方向安装于叶片132B之间。在如上所述的喷射管139中,形成用于喷射离子性液体的多个喷射孔139a并使上述喷射孔139a朝向叶片132B的表面以及上部外罩111的内侧面,采用如扩散喷嘴的能够以喷雾方式喷射离子性液体的结构为宜。

[0132] 下面,对利用上述实施例结构的有机材料提纯装置对有机材料进行提纯的方法进行说明。

[0133] 首先在升华腔室121的内部安装装载有有机材料原料的进料船122,然后通过动泵134以及驱动电机133,使离子性液体被均匀地涂布在叶片132的上表面以及下表面和外罩110的内侧面中。接下来,利用主真空泵113将外罩110以及升华腔室121的内部制成真空状态。

[0134] 接下来,利用加热器将进料船122加热至有机材料原料的升华点之前的温度,并在间隔1~5分钟之后再将其加热至升华点以上。此时,将生成有机材料和部分杂质混合的有机材料升华气体。此外,从有机材料升华气体生成时开始,使离子性液体沿着叶片132的上表面以及下表面进行流动。即,在利用泵134以一定的压力将离子性液体供应至轴131的内部的同时借助于驱动电机133的驱动力使轴131发生旋转,从而使离子性液体沿着叶片132的上表面以及下表面进行流动。此外,利用安装于外罩110外侧面中的加热器,在外罩110的内部形成有利于有机材料再结晶的温度环境。

[0135] 借此,离子性液体将沿着叶片132的上表面以及下表面进行流动,而有机材料升华气体将在隔板被打开的同时流动到外罩110的内部并经由叶片132箱外罩110的上部自然飞散,此时离子性液体与升华气体将在叶片132的上表面以及下表面等发生接触。通过上述接触过程,升华气体将被捕集溶解于离子性液体并再结晶,最终聚集在外罩110下部的储存槽141中。即,因为在升华气体溶解于离子性液体中时提纯对象有机材料的含量远高于杂质,所以有机材料将率先达到过饱和状态并开始再结晶,从而析出高纯度的有机材料。

[0136] 此外,利用安装于上部外罩111以及下部外罩112的外侧面中的加热器,可对升华

气体溶解于离子性液体中的溶解度进行调节。通过对升华气体溶解于离子性液体的溶解度进行调节,可对离子性液体中有机材料的过饱和度以及有机材料的再结晶速度等进行控制。通过上述方式可将再结晶过程中混入的杂质降至最低,接下来从外罩110的储存槽141中,以适当的方式回收从离子性液体中析出的高纯度有机材料。

[0137] 例如,当再结晶有机材料被沉淀至离子性液体下部的情况下,通过连接到储存槽141中的回收手段150的回收桶151回收有机材料。此外,在再结晶有机材料无法沉淀到离子性液体的下部而漂浮在离子性液体的表面或混合在离子性液体的内部时,在将储存槽141内的混合液和再结晶有机材料排出到储存槽141的外部之后,通过过滤或离心分离等方式对再结晶有机材料进行分离并回收至回收容器137中,再利用循环泵138使混合液再次循环至捕集手段130一侧。

[0138] 此外,在进料船122内的有机材料原料被全部升华之后,利用更换手段160将其更换成装载有有机材料原料的新的进料船,然后利用如上所述的相同过程继续对有机材料进行提纯。

[0139] 在通过上述过程回收从离子性液体中析出的高纯度有机材料之后,离子性液体中将残留升华气体中所包含的达到过饱和度之前所溶解的有机材料和少量的杂质。此外,随着提纯工程的持续进行,离子性液体中的杂质含量将增加且在某个时间点其杂质成分也将达到过饱和度,从而导致再结晶有机材料中混入杂质成分的情况。此时,将提纯工程用的离子性液体更换成高纯度离子性液体为宜。

[0140] <第2实施例>

[0141] 图11是适用本发明第2实施例的利用离子性液体的水平型有机材料提纯装置的结构概念图。如图11所示,适用本实施例的有机材料提纯装置200,除多个叶片以上述外罩内的水平轴为中心以相同角度安装之外,与适用第1实施例的有机材料提纯装置100采用相同的结构。因此,在本实施例中将省略与第1实施例重复部分的说明。

[0142] 外罩210具有与外部密封隔离的一定的内部容积,包括:真空泵211,用于将外罩210的内部制成真空状态。升华手段220包括:进料船221,用于装载有机材料原料;加热器(未图示),用于对进料船221进行加热。此外,捕集手段230包括:轴231,沿着外罩210的水平中心轴安装;多个叶片232,沿着轴231的外周面安装;以及驱动电机233,通过结合到轴231的一侧端部提供所需的动力。

[0143] 下面,对外罩210的结构进行更详细的说明。

[0144] 外罩210具有与外部密封隔离的一定的内部容积,采用一定长度的圆筒形结构为宜。此外,外罩210还包括:格栅213,用于使外罩210能够起到在内部储存离子性液体212的储存槽(储存手段)241的作用。借此,在外罩210的内部将形成用于安装进料船221的空间和用于储存离子性液体212的储存槽241空间。

[0145] 此外,在外罩210中配备用于从外部对在其内部进行的再结晶过程等进行确认的多个透明窗口(未图示)为宜。即,外罩210整体使用不锈钢材质制成,其中每隔一定距离形成一个透明窗口(未图示)即可。其中,透明窗口可使用玻璃材质制成。此外,也可以使用透明的玻璃材质制成整个外罩210。

[0146] 此外,外罩210还包括:加热器215,用于对外罩210的内部温度进行调节。其中,加热器215安装于构成外罩210的不锈钢材质的表面,例如可安装面状发热体。但是在使用透

明的玻璃材质制成整个外罩210时,沿着外罩210的外周面按照一定的上下间隔安装带状加热器215为宜。这是为了在将加热器215安装到外罩210中的状态下,能够以一定的间隔对外罩210的内部进行观察。

[0147] 按照如上所述的方式安装的加热器215,用于对离子性液体进行加热并对外罩210内部的温度环境进行调节,从而对有机材料升华气体溶解于离子性液体中的溶解度进行调节。此外,加热器215还能够通过对收集到储存槽241中的溶解有升华气体的离子性液体(混合液)温度进行调节,起到使有机材料更顺利地析出并再结晶的作用。上述加热器215可分割成多个部分并分别对各自的温度进行控制。

[0148] 此外,适用本实施例的有机材料提纯装置200,安装于外罩210的外侧并通过经由透明窗口照射红外线(infrared ray)的方式对轴231以及叶片232进行加热,从而对外罩210的内部温度进行调节为宜。

[0149] 此外,外罩210还包括:储存槽241,在外罩210的下部通过格栅213形成,用于存储离子性液体212。其中,储存槽241作为构成再结晶手段240的一部分的结构要素,起到用于存储新的离子性液体212以及已用于有机材料再结晶处理的离子性液体的作用,和收集溶解有升华气体的离子性液体(混合液)和再结晶有机材料的收集槽作用。其中,储存槽241形成于外罩210下部的一部分,具有一定的内部容积。此外,为了使溶解有升华气体的离子性液体以及再结晶有机材料能够更加有效地聚拢在一起,储存槽241采用向中心下部逐渐变细的圆锥形为宜。

[0150] 真空泵211用于将外罩210的内部制成真空状态,通过真空管与外罩210的一侧连通。此外,在真空泵211的真空管中还安装节流阀(throttle valve)为宜。

[0151] 下面,对升华手段220的结构进行更详细的说明。

[0152] 升华手段220安装于外罩210的一侧,用于对含有杂质的OLED用有机材料原料进行加热使其升华,还包括:加热器222,安装于外罩210的外表面,使进料船221内部的有机材料原料能够更加有效地升华,同时防止所升华的有机材料升华气体在外罩210的内侧面再结晶。

[0153] 进料船221位于外罩210的一侧下部,在其下部具有加热器(加热手段,未图示)。此外,进料船221采用能够在其上部装载提纯对象有机材料原料的形态。此外,为了使有机材料原料能够被均匀加热即为了增加接触面积,进料船221中有机材料原料的收容部可采用形成多个凸起的形状(梳子形状)或波形形状。

[0154] 加热器(加热手段)起到使进料船221内的有机材料原料发生升华的热源作用,可包括电子加热、电磁加热以及电子束加热方式。例如,可使用热蒸发(thermal evaporation)、激光束(laser beam)、微波(microwave)或电磁加热(magnetic heating)方式等。在使用如上所述的加热器或其他方式对有机材料原料进行升华时,首先从较低的温度加热至升华点之前的温度,并在间隔1~5分钟之后再将其加热至升华点以上进行升华为宜。

[0155] 下面,对捕集手段230的结构进行更详细的说明。

[0156] 轴231是沿着外罩210的水平中心轴安装,一侧由格栅213以可旋转的形式支撑,另一侧由外罩210以可旋转的形式支撑。

[0157] 叶片232在水平方向沿着轴231的外周面安装。其中,叶片232从一侧端部到另一侧

端部形成如大约 $120^{\circ}$ 左右的旋转角位相差。即,多个叶片232以横跨升华气体飞散路径的状态安装于外罩210内部,以外罩210内的水平轴为中心以相同角度安装。其中,除外罩210下部的一部分区间之外,叶片232的大小采用其端部几乎紧贴于外罩210内侧面大小为宜。即,使叶片232在旋转时以与外罩210的内侧面接触的状态旋转为宜。这是为了能够将沿着叶片232流动的离子性液体涂布在外罩210的整个内侧面中,并更加有效地分离回收在外罩210的内侧面再结晶的有机材料。

[0158] 驱动电机233通过结合到轴231的一侧端部提供所需的动力,使用一般的电机。

[0159] 此外,适用本实施例的有机材料提纯装置200还可包括:喷射手段250,用于在升华气体流动的侧方路径方向向下喷射离子性液体;回收手段260,用于对通过提纯再结晶沉淀至外罩210的存储槽241下部的有机材料进行回收;以及更换手段270,用于对装载有有机材料原料的新进料船和已完成有机材料原料升华的空进料船进行更换。其中,喷射手段250起到用于供应上述离子性液体使其以横跨上述升华气体飞散路径的方式向下跌落的离子性液体供应手段的作用。

[0160] 喷射手段250包括:收容部251,在与外罩210的上部外侧面之间形成一定的收容空间;多个连通孔252,用于使收容部251的内部与外罩210的内部相互连通;连接管253,在收容部251和存储槽241之间进行连接;以及泵254,安装于连接管253中,将存储在存储槽241内部的离子性液体212依次经由收容部251和多个连通孔252在升华气体流动的侧方路径方向向下喷射。其中,泵254还起到将收集到储存槽241中的混合液再次循环至捕集手段230的再循环手段作用,同时也是通过使混合液与升华气体反复接触而使有机材料在离子性液体中过饱和及再结晶的再结晶手段240中的结构部件。此外,连通孔252起到离子性液体的压力在泵254的作用下增加时喷射离子性液体的喷嘴作用。其中,连通孔252采用如扩散喷嘴的能够以喷雾方式喷射离子性液体的结构为宜。

[0161] 再循环手段还可包括:回收手段,在将储存槽241内的混合液和再结晶有机材料排出到储存槽241的外部之后,对再结晶有机材料进行分离回收并使混合液再次循环。如上所述的回收手段,包括:回收容器255,对在泵254的作用下沿着连接管253供应的混合液中的再结晶有机材料进行分离储存;循环泵256,使在回收容器255中分离出的混合液再次循环至捕集手段230一侧。其中,回收容器255包括:通过过滤或离心分离等方式分离出再结晶有机材料的装置。如上所述的回收手段,在再结晶有机材料无法沉淀到离子性液体的下部而漂浮在离子性液体的表面或混合在离子性液体的内部时使用为宜。

[0162] 此外,另一回收手段260包括:回收桶261,与形成于储存槽241下端的连接线262连接;两个阀门263,相距一定间隔安装于储存槽241和回收桶261之间的连接线262中,用于控制离子性液体等的移动;以及真空泵264,安装于两个泵263之间,用于将连接线262制成真空状态。其中,回收桶261采用可与连接线262分离和结合的结构。

[0163] 借此,回收桶261中将逐渐堆积提纯析出的有机材料。此外,当回收桶261内的有机材料达到一定量之后,可关闭两个阀门263并从连接线262分离出回收桶261,从而回收有机材料。此外,在向连接线262连接新的回收桶261时,应首先将新的回收桶261连接到连接线262中,然后再打开与回收桶261相邻的阀门263。接下来利用这空泵264将连接线262制成真空状态,最后打开剩下的阀门263。如上所述的回收手段260,在再结晶有机材料被沉淀至离子性液体底部的情况下使用为宜。

[0164] 更换手段270包括：腔室 (Chamber) 271,可选择性地与外罩210的一侧以及大气状态的外部开合连通,从而投入新的进料船并回收空进料船;真空泵(未图示),将腔室271的内部制成真空状态;以及开合装置(未图示),分别选择性地与外罩210的一侧以及大气状态的外部开合连通。

[0165] 此外,更换手段270的腔室271也可采用在LCD装备中普遍采用的负荷固定舱 (Load Lock Chamber) 构成,利用能够在外罩210、负荷固定舱或大气状态的外部之间对将安装于负荷固定舱内部的进料船进行移动的移动机器人(未图示)自动更换进料船。

[0166] 下面,对利用上述实施例结构的有机材料提纯装置对有机材料进行提纯的方法进行说明。

[0167] 首先在外罩210的内部安装装载有有机材料原料的进料船221,然后通过驱动泵254、循环泵256以及驱动电机233,使离子性液体被均匀地涂布在叶片232的表面和外罩210的内侧面中。接下来,利用真空泵211将外罩210内部制成真空状态。

[0168] 接下来,利用加热器将进料船221加热至有机材料原料的升华点之前的温度,并在间隔1~5分钟之后再将其加热至升华点以上。此时,将生成有机材料和部分杂质混合的有机材料升华气体。此外,从有机材料升华气体生成时开始驱动泵254以及循环泵256,通过连通孔252喷射离子性液体,同时通过对驱动电机233进行驱动使叶片232发生旋转,从而使升华气体向外罩210的另一侧方向流动。此外,利用安装于外罩210外侧面中的加热器215,在外罩210的内部形成有利于有机材料再结晶的温度环境。

[0169] 通过如上所述的方式,在升华气体向外罩210的另一侧方向移动的过程中,叶片232的表面将与离子性液体发生接触,同时与通过连通孔252喷射的离子性液体发生接触。通过上述接触过程,升华气体将被捕集溶解于离子性液体并再结晶,最终聚集在外罩210下部的储存槽241中。即,因为在升华气体溶解于离子性液体中时提纯对象有机材料的含量远高于杂质,所以有机材料将率先达到过饱和状态并开始再结晶,从而析出高纯度的有机材料。

[0170] 此外,利用安装于外罩210外侧面中的加热器215,可对升华气体溶解于离子性液体中的溶解度进行调节。通过对升华气体溶解于离子性液体的溶解度进行调节,可对离子性液体中有机材料的过饱和度以及有机材料的再结晶速度等进行控制。通过上述方式可将再结晶过程中混入的杂质降至最低,接下来从外罩210的储存槽241中,以适当的方式回收从离子性液体中析出的高纯度有机材料。

[0171] 例如,当再结晶有机材料被沉淀至离子性液体下部的情况下,通过连接到储存槽241中的回收手段260的回收桶261回收有机材料。此外,在再结晶有机材料无法沉淀到离子性液体的下部而漂浮在离子性液体的表面或混合在离子性液体的内部时,在将储存槽241内的混合液和再结晶有机材料排出到储存槽241的外部之后,通过过滤或离心分离等方式对再结晶有机材料进行分离并回收至回收容器255中,再利用循环泵256使混合液再次循环至捕集手段230一侧。

[0172] 此外,在进料船221内的有机材料原料被全部升华之后,利用更换手段270将其更换成装载有有机材料原料的新的进料船,然后利用如上所述的相同过程继续对有机材料进行提纯。

[0173] 在通过上述过程回收从离子性液体中析出的高纯度有机材料之后,离子性液体中

将残留升华气体中所包含的达到过饱和度之前所溶解的有机材料和少量的杂质。此外,随着提纯工程的持续进行,离子性液体中的杂质含量将增加且在某个时间点其杂质成分也将达到过饱和度,从而导致再结晶有机材料中混入杂质成分的情况。此时,将提纯工程用的离子性液体更换成高纯度离子性液体为宜。

[0174] <第3实施例>

[0175] 图12是适用本发明第3实施例的利用离子性液体的喷雾型有机材料提纯装置的结构概念图。如图12所示,适用本实施例的有机材料提纯装置300包括:外罩310,具有一定的内部容积,处于真空状态;升华手段320,安装于外罩310的一侧,用于对含有杂质的OLED用有机材料原料进行加热使其升华;捕集手段330,通过使升华的有机材料升华气体与离子性液体接触从而对升华气体进行捕集;以及再结晶手段340,使在捕集手段330中被离子性液体捕集并溶解的升华气体过饱和,从而生成再结晶的有机材料。此外,适用本实施例的提纯装置300还包括:控制手段(未图示),用于对升华手段320、捕集手段330以及再结晶手段340的动作进行控制为宜。

[0176] 适用本实施例的有机材料提纯装置300,采用使上述捕集手段300以横跨上述升华气体飞散路径的方式以窗帘状或其他各种形态喷射离子性液体的喷射手段。即,喷射手段起到用于供应上述离子性液体使其以横跨上述升华气体飞散路径的方式向下跌落的离子性液体供应手段的作用。因此,适用本实施例的有机材料提纯装置300,除了简化捕集手段230并对喷射手段250中的一部分进行了变更之外,与适用第2实施例的有机材料提纯装置200采用相同的结构。因此,在本实施例中省略与第2实施例相同部分的说明。

[0177] 适用本实施例的捕集手段330,由多个分别具有用于喷射离子性液体的多个喷嘴的喷射管331构成。其中,多个喷射管331在升华气体飞散路径的方向上相距一定的间隔安装,通过各个喷嘴以窗帘状或其他各种形态使从上部向下部喷射出的离子性液体与升华气体发生接触。其中,多个喷射管331的多个喷嘴采用交错排列的形式,使飞散的升华气体能够充分地、与离子性液体发生接触,从而逐渐地对其进行捕集为宜。

[0178] <第4实施例>

[0179] 图13是适用本发明第4实施例的利用离子性液体的轧辊型有机材料提纯装置的结构概念图。如图13所示,适用本实施例的有机材料提纯装置400包括:外罩410,具有一定的内部容积,处于真空状态;升华手段420,安装于外罩410的一侧,用于对含有杂质的OLED用有机材料原料进行加热使其升华;捕集手段430,通过使升华的有机材料升华气体与离子性液体接触从而对升华气体进行捕集;以及再结晶手段440,使在捕集手段430中被离子性液体捕集并溶解的升华气体过饱和,从而生成再结晶的有机材料。

[0180] 适用本实施例的有机材料提纯装置400,除了包括:一个以上的轧辊431,以横跨升华气体飞散路径的状态安装于外罩410内部;以及刮除叶片441,安装于轧辊431的一侧部,用于从轧辊431表面刮除升华气体溶解于离子性液体中所形成的混合液;之外,与适用第2实施例的有机材料提纯装置200采用相同的结构。因此,在本实施例中省略与第2实施例重复部分的说明。

[0181] 适用本实施例的捕集手段430包括:一个以上的轧辊431,以横跨升华气体飞散路径的状态安装于外罩410内部;以及离子性液体存储部432,安装于轧辊431的下部,用于向轧辊431的表面供应离子性液体。其中,轧辊431采用其下部在被沉浸于存储在离子性液体

存储部432的离子性液体中的状态进行旋转。因此,轧辊431的表面将被离子性液体涂布,而升华气体将与上述涂布在表面的离子性液体发生接触并被捕集溶解。借此,在轧辊431的表面将生成升华气体溶解于离子性液体中的混合液。此外,在外罩410的内部可并列安装多个轧辊431。

[0182] 适用本实施例的再结晶手段440包括:刮除叶片441,安装于轧辊431的一侧部,用于从轧辊431表面刮除上述混合液;以及存储槽442,对利用刮除叶片441刮出的混合液进行收集,并通过使有机材料过饱和生成再结晶有机材料。其中,再结晶有机材料可利用与存储槽442单独连接的回收手段450进行回收。其中,回收手段450可采用与适用第2实施例的回收手段260相同的结构。

[0183] 下面,对适用本发明的利用离子性液体的有机材料提纯方法以及利用上述实施例中所图示的有机材料提纯装置对有机材料进行提纯的方法进行说明。

[0184] 图14是适用本发明的利用离子性液体的有机材料提纯方法流程图。如图14所示,适用本发明的利用离子性液体的有机材料提纯方法包括:升华步骤S510,对含有杂质的OLED(Organic Light Emitting Diodes)用有机材料进行升华;捕集步骤S520,通过使上述有机材料升华气体与流动的离子性液体接触而对上述升华气体进行捕集;以及再结晶步骤S530,通过对捕集并溶解于上述离子性液体的上述升华气体中的提纯对象有机材料进行过饱和处理而生成再结晶有机材料。其中,升华步骤S510包括将需要提纯的有机材料从固态升华成气体或从固态转化成凝胶状态并进而蒸发成气体状态的步骤。

[0185] 如图1至图11所示,在捕获步骤S520中,离子性液体可沿着以横跨升华气体飞散路径的状态安装的多个叶片132、132A、132B、232的表面进行流动。具体来讲,离子性液体可如图1至图10所示,沿着以垂直轴为中心以相同角度安装的多个叶片132、132A、132B的表面进行流动;或可如图11所示,在以水平轴为中心以相同角度安装并旋转的多个叶片232的作用下流动;或如图12所示,以横跨上述升华气体飞散路径的方式向下流动。

[0186] 此外,再结晶步骤S530如图1至图11所示可使升华气体溶解于离子性液体中所形成的混合液沿着多个叶片132、132A、132B或232的表面再次循环;或如图12所示,还包括再循环步骤,使上述混合液重新以横跨上述升华气体飞散路径的方式再次循环。此外,在再循环步骤,可在利用回收容器137、255将再结晶有机材料分离回收之后使混合液再次循环。

[0187] 此外如图13所示,在捕获步骤S520中,离子性液体可通过涂布在以横跨升华气体飞散路径的状态安装的一个以上的轧辊431的表面而进行流动。此外,还可包括利用位于轧辊431一侧面的刮除叶片441,从轧辊431的表面刮除在轧辊431的表面生成的升华气体溶解于离子性液体中的混合液,并将其回收至存储槽442中的步骤。

[0188] 下面,对本发明中对有机材料进行连续结晶提纯的原理进行说明。

[0189] 在有机材料的升华气体被离子性液体捕集并溶解而生成混合液之后,将逐渐达到饱和状态而形成饱和溶液。在形成上述饱和溶液之后,当升华气体继续被饱和溶液捕集并溶解时将形成结晶核,且饱和溶液内的有机材料分子将逐渐凝聚在结晶的周围并造成结晶核的增长。此时,结晶形成位置周围的浓度将比其他位置低。即在饱和溶液内部的分子形成结晶的过程中,其周围的浓度将变得相对较低,且饱和溶液也将因此进入能够继续接触溶解升华气体的混合液状态。

[0190] 其中,在本发明中结晶增长的驱动力(driving force)在于始终使其保持浓度梯

度。为此,本发明能够使用如上所述的两种方式。

[0191] 第一是使离子性液体自身发生循环。即,通过使混合液状态(非饱和溶液状态)的离子性液体自身发生循环,使离子性液体中的混合液状态、饱和溶液状态以及过饱和溶液状态共存,并借此使结晶核不断增长。这种方式可在结晶核的增长速度大于升华气体供应速度时使用。

[0192] 第二是供应新的离子性液体。即,通过连续供应新的离子性液体,使离子性液体中的混合液状态、饱和溶液状态以及过饱和溶液状态共存,并借此使结晶核不断增长。这种方式可在升华气体的供应速度大于结晶核的增长速度时使用。即,这种方式用于防止因为过饱和度过高而导致的升华气体不溶解于离子性液体而直接结晶的问题。

[0193] 下面,对通过上述适用本发明的利用离子性液体的有机材料提纯装置及提纯方法对有机材料进行提纯时的可提纯与否等提纯有机材料相关特性等进行说明。

[0194] 1. 有机材料提纯装置及提纯方法

[0195] 图15是用于制作水平型有机材料提纯装置的设计图。如图15所示,水平型有机材料提纯装置包括:升华部,用于对含有杂质的OLED用有机材料进行升华;捕集部,与升华部连通安装,通过使有机材料升华气体与流动的离子性液体接触从而对升华气体进行捕集。其中,升华部与图11中图示的升华部的结构相同,捕集部与图11中所示的捕集部的结构相同,叶片在外罩(腔室)内部以水平轴为中心旋转,从而使升华气体与离子性液体发生接触并被捕集和溶解最终实现再结晶。

[0196] 利用如上所述的水平型有机材料提纯装置进行提纯试验的流程如下。首先在大气压状态下将提纯对象有机材料填入到升华部并向捕集部注入离子性液体之后,对腔室进行抽吸至 $1 \times 10^{-6}$ Torr状态。接下来对离子性液体进行加热并使捕集部的叶片开始旋转,在将提纯对象有机材料加热至升华点。其中,为了保证提纯对象有机材料被全部升华,需要保持一定的时间。此时,有机材料的升华气体在飞散时将沿着叶片流动的离子性液体发生接触并被捕获和溶解最终实现再结晶。在完成上述提纯工程之后,通过对提纯的有机材料进行收集而使提纯的有机材料和离子性液体发生分离,最后对残留在提纯有机材料中的离子性液体进行清洗。

[0197] 2. 有机材料提纯装置的试验条件及试验结果

[0198] 作为离子性液体使用了1Kg的OMIN TFSl(1-丁基-3-甲基咪唑双(三氟甲基磺酰基)亚胺),而作为有机材料使用了20g的HTL材料(DS 220)。此外在所进行的提纯试验中,将有机材料的升华温度设定为 $280^{\circ}\text{C}$ 以上,离子性液体的温度设定为 $120^{\circ}\text{C}$ 。此外在将压力降低至 $1 \times 10^{-6}$ Torr之后开始了生化处理,且工程时间设定为5小时。

[0199] 在如上所述的条件下进行提纯试验时,在开始升华并经过30分钟之后开始在离子性液体的表面观察到浮游物状态的有机材料结晶,且之后上述结晶的量逐渐增加。即,确认了通过再结晶提纯的有机材料在离子性液体的表面以浮游物形态存在。这代表可利用离子性液体对有机材料进行提纯。

[0200] 在如上所述的提纯工程结束之后,收集提纯的有机材料和离子性液体的混合物,并在将提纯的有机材料与离子性液体分离并清洗之后进行了各种分析。

[0201] 3. 提纯有机材料的特性分析

[0202] 利用如表1所示的分析器械,在如下所述的条件下对提纯有机材料的特性进行了

分析。

[0203] 表1

[0204] [Table 1]

[0205]

| 分析器械   | 装备型号                | 制造商                    | 测定条件   |
|--------|---------------------|------------------------|--|
| FE-SEM | Quanta 200          | FEI Company            | - HV: 20kV<br>- spot size: 3mm<br>- 倍率: 1k~30k   |
| Raman  | LabRamHR            | JOVIN YVON             | - 514nm Ar laser<br>- 温度: 21°C<br>- 湿度: 20%<br>- 扫描范围: 1000~3000cm <sup>-1</sup>                                     |
| PL     | RPM2000             | ACCENT                 | - 325nm He-Cd Laser<br>- 温度: 21°C<br>- 湿度: 20%<br>- 扫描范围: 350~810nm  |
| XPS    | VG Multilab<br>2000 | ThermoVG<br>Scientific | - 镜头模式: LAXPS<br>- 测量通过能 (Survey pass energy): 50eV<br>- 窄幅扫描通过能 (Narrow pass energy):<br>20eV<br>- 分析元素: C、O、F、Cl、S |

[0206] 4.Raman PL测定

[0207] 对提纯前后的HTL材料在不同大气暴露时间下的Raman PL特性变化进行了测定。上述Raman PL测定,用于对提纯前后的HTL材料在不同大气暴露时间下的有机材料稳定性进行比较。图16是利用图15所示的水平型有机材料提纯装置进行提纯前后的HTL材料在不同大气暴露时间下的Raman PL特性变化测定结果图表。

[0208] 如图16所示,提纯前的HTL材料在大气暴露时间增加时其峰值 (peak) 的半高宽 (FWHM) 变化幅度达到了8cm<sup>-1</sup>,而提纯后的HTL材料的相应数据仅为0.5cm<sup>-1</sup>左右,非常稳定。这表示,利用离子性液体进行提纯的有机材料表面被离子性液体成分所保护 (passivation)。

[0209] 5.PL测定

[0210] 对提纯前后的HTL材料在不同大气暴露时间下的PL特性变化进行了测定。上述PL测定,用于对提纯前后的HTL材料在不同大气暴露时间下的有机材料稳定性进行比较。图17是利用图15所示的水平型有机材料提纯装置进行提纯前后的HTL材料在不同大气暴露时

间下的PL特性变化测定结果图表。

[0211] 如图17所示,提纯后的HTL材料的发光峰值(peak)位置向短波长(460nm→440nm)一侧移动,且半高宽(FWHM)的值从75nm降低至50nm。这表示通过提纯工程,物质的纯度得到提升。此外,提纯前的HTL材料在大气暴露时间增加时其峰值位置的变化值达到了±5nm,半高宽(FWHM)的变化幅度达到了10nm;而提纯后的HTL材料的峰值位置变化值为±1nm以下,半高宽(FWHM)的变化幅度也在5nm以下。这意味着对于利用离子性液体提纯的有机材料,因为外部的水分以及氧气而导致的物质特性变化极小。这表示,利用离子性液体进行提纯的有机材料表面被离子性液体成分所保护。

[0212] 6. SEM测定

[0213] 对提纯前后的HTL材料在不同大气暴露时间下的表面形状变化进行了测定。上述PL测定,用于对提纯前后的HTL材料在不同大气暴露时间下的有机材料稳定性进行比较。图18是利用图15所示的水平型有机材料提纯装置进行提纯前后的HTL材料在不同大气暴露时间下的表面形状变化SEM(x 1k)照片。

[0214] 提纯前的HTL材料为直接合成后的物质,其纯度约为98.6%,如图18所示,其表面形状没有观察到特殊特征。但是在利用适用本发明的水平型有机材料提纯装置进行提纯后的HTL材料中,观察到了球形形状的结晶颗粒。上述结晶颗粒具有5um的非常均匀的大小,而且随着时间的推移没有观察到明显的表面形状变化。

[0215] 7. XPS测定

[0216] 通过XPS测定,对利用适用本发明的水平型有机材料提纯装置进行提纯的有机材料的特征进行了调查。图19是利用图15所示的水平型有机材料提纯装置进行提纯后的有机材料特性XPS图表。

[0217] 如图19所示,检测到了源自于有机材料的提纯中所使用的离子性液体的阴离子的F、S元素。这是利用离子性液体的有机材料提纯方法的固有结果,表示在提纯工程中再结晶的有机材料表面,阴离子和阳离子实现了分子级别的化学结合。如上所述,可以发现提纯的有机材料表面被离子性液体、源自于离子性液体的成分(构成离子性液体的成分)或构成离子性液体的离子所保护。尤其是提纯的有机材料表面被化学结合的单分子层阴离子所保护。总而言之,因为提纯的有机材料表面受到保护,因此在暴露于大气中时能够稳定的保持有机材料的特性。上述特征即能够检测出源自于所使用离子性液体中的特性成分元素的现象,使通过利用离子性液体的提纯方法进行提纯的有机材料的固有特征,通过对上述特征进行调查,可以判断对象有机材料是否是通过利用离子性液体的提纯方法进行提纯的对象物质。因此,本发明包括提供包含上述提纯物特征的有机材料。

[0218] 但是在OLED面板的制造工程中,如果源自于离子性液体的F、S成分被混入到元件制造工程中,可能会对元件的特性造成不良影响。因此在为了制造元件而进行蒸镀工程之前,需要对保护有机材料表面的源自于离子性液体的F、S成分进行去除。

[0219] 根据本发明人的试验结果,保护有机材料表面的源自于离子性液体的成分,能够通过氩离子蚀刻(Ar ion etching)或100℃以上的热处理彻底去除。如果上述杂质存在于有机材料的内部,则将无法通过如上所述的热处理或简单的氩离子蚀刻的方式彻底去除,因此上述结果证明,源自于离子性液体的成分仅微量存在于提纯的有机材料表面。

[0220] 图20是在120℃条件下对提纯后的有机材料进行1分钟的热处理之后利用XPS对表

面组成进行分析的图表。如图20所示,在源自于F、S成分的位置中检测出非常微弱的峰值,这表示提纯的有机材料表面中所存在的大部分F、S成分以通过热处理得到去除。借此可以确认,在将提纯的有机材料投入到元件制造工程之前,能够在流通途径中保持提纯的有机材料的稳定状态,且通过在元件制造工程之前进行适当的预处理,能够彻底清除保护有机材料表面的源自于离子性液体的成分,不会对元件制造工程造成任何不良影响。

[0221] 在上面的内容中结合附图对适用本发明的利用离子性液体的有机材料提纯方法及提纯装置的技术事项进行了详细说明,但仅是对适用本发明的较佳实施例进行的示例性说明。因此,本发明并不限定于上面的内容中所记载的实施例,对于具有本技术领域之一般知识的人员,很容易在不超出本发明的思想及范围的前提下可进行各种修改及变形,因此这些变形例或修改例均属于本发明的权利要求范围之内。

[0222] 产业可利用性

[0223] 除了用于制作OLED元件的低分子有机发光材料之外,还有如有机TFT材料、有机太阳能电池材料、有机半导体材料等多种有机材料。本发明能够用于对如上所述的适用于多种不同领域的有机材料进行提纯。

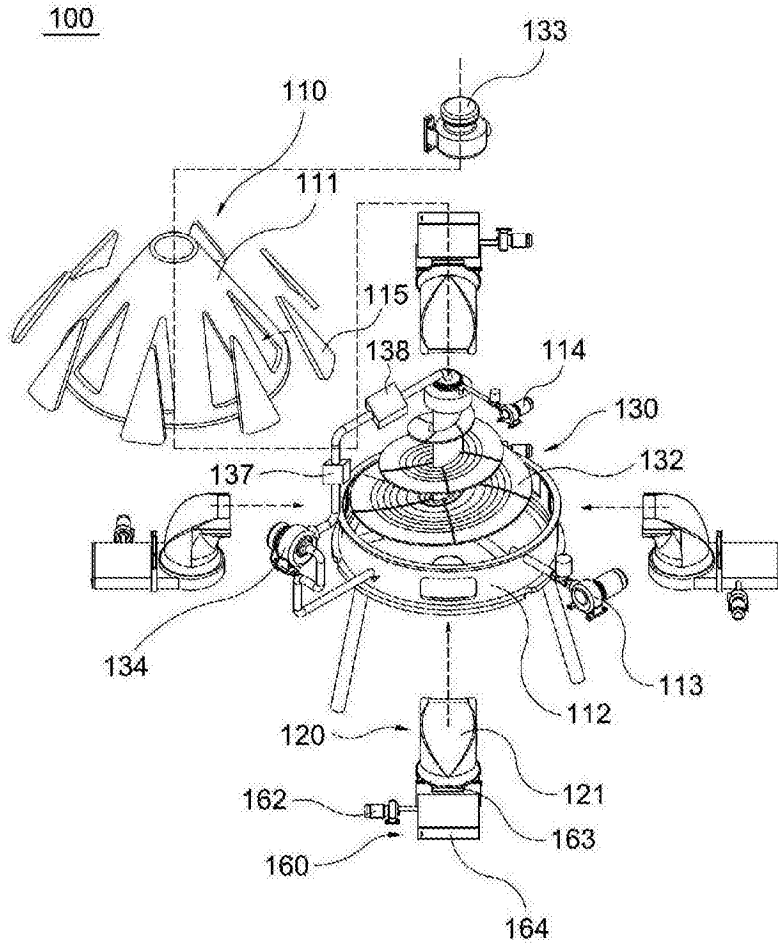


图1

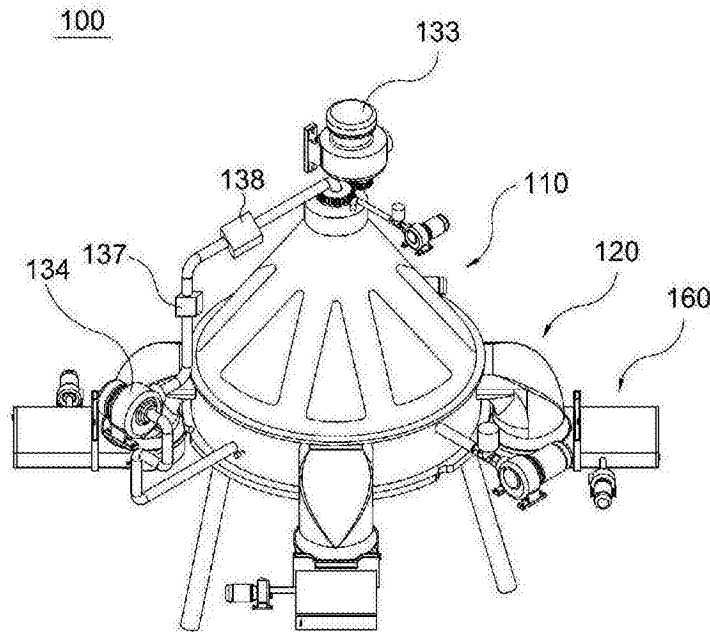


图2

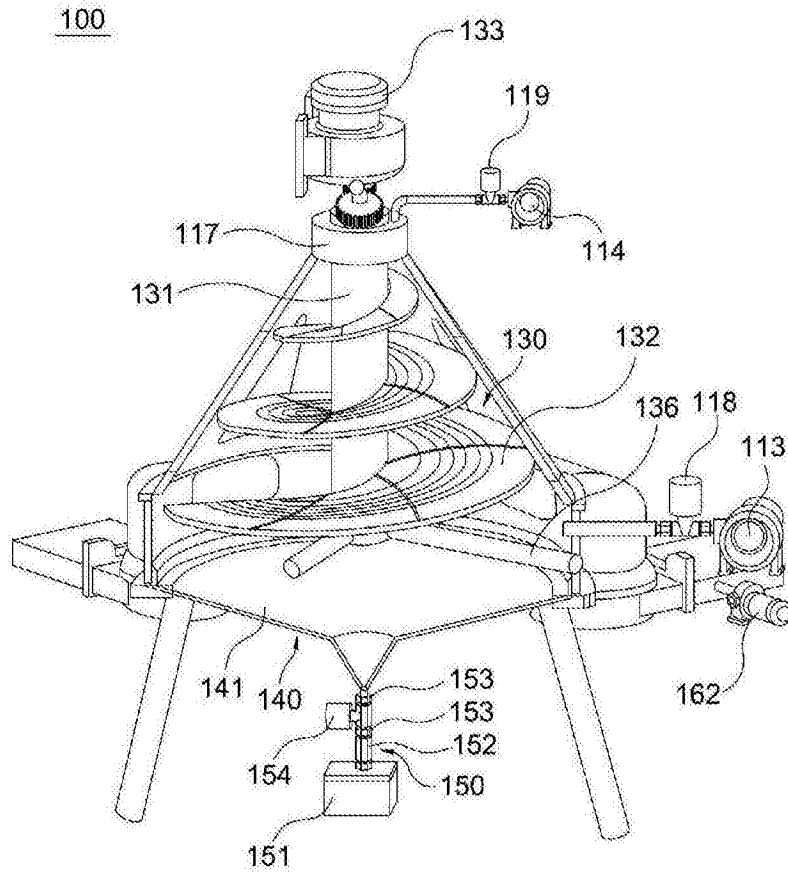


图3

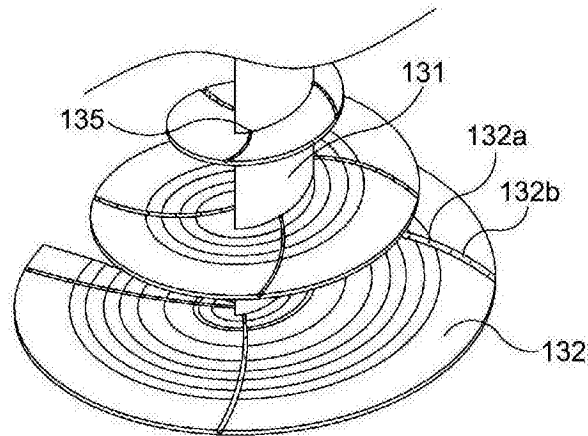


图4

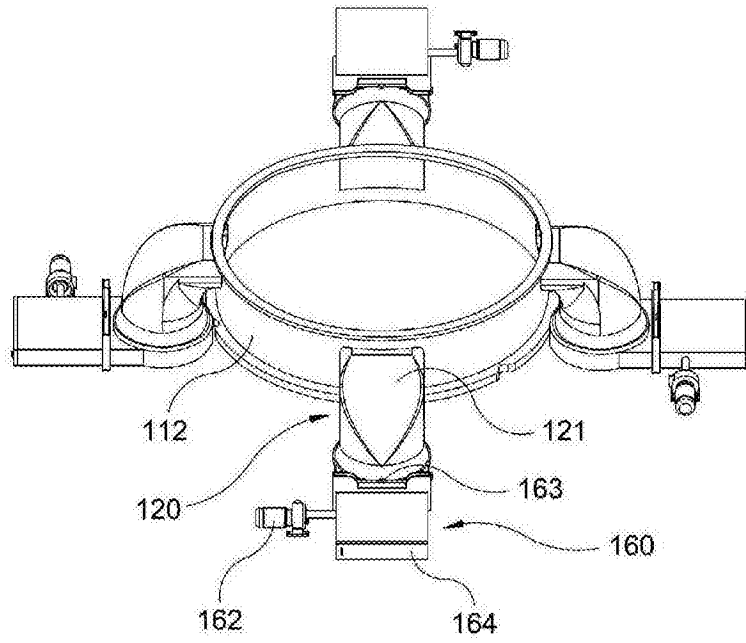


图5

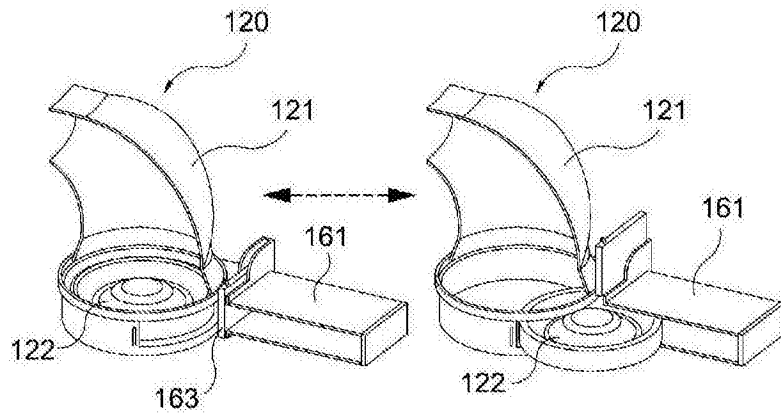


图6

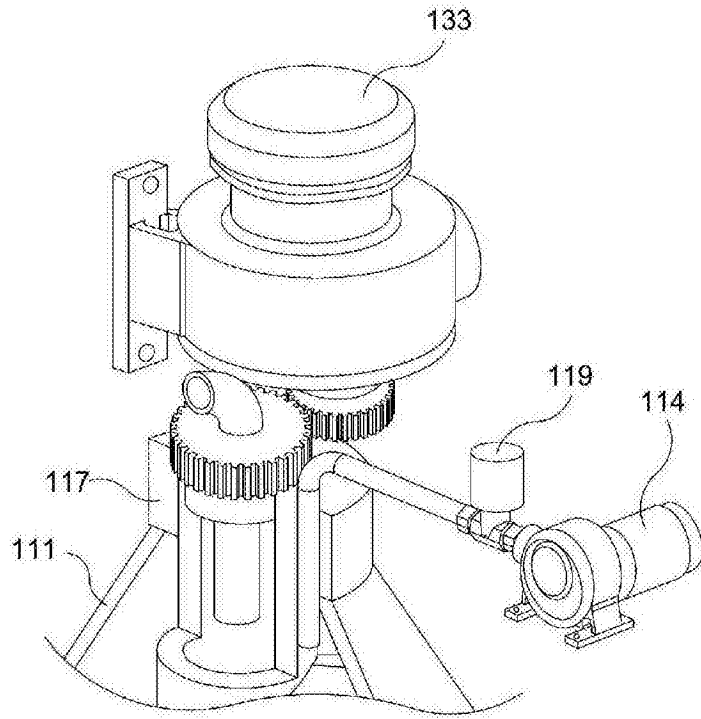


图7

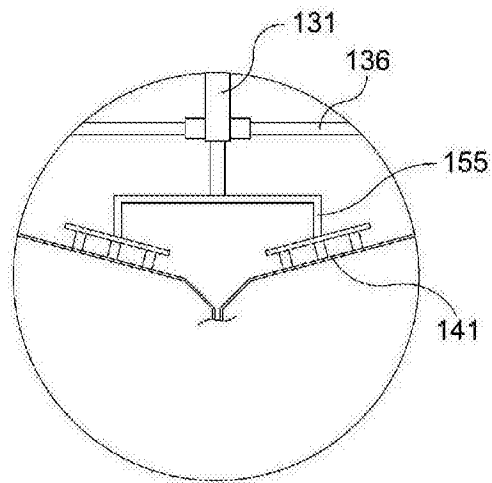


图8

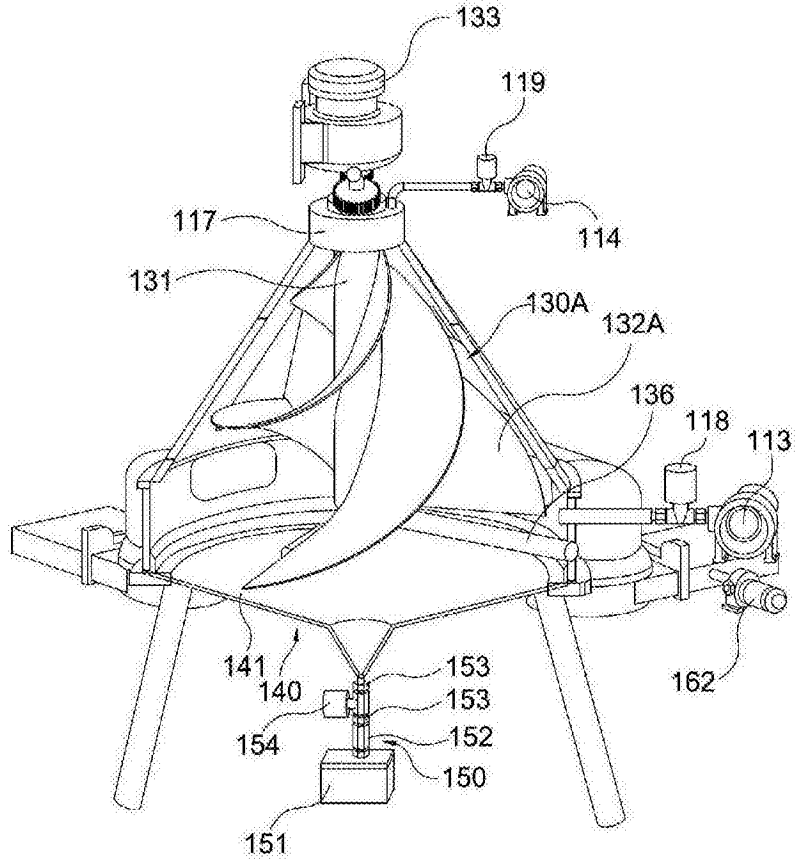


图9

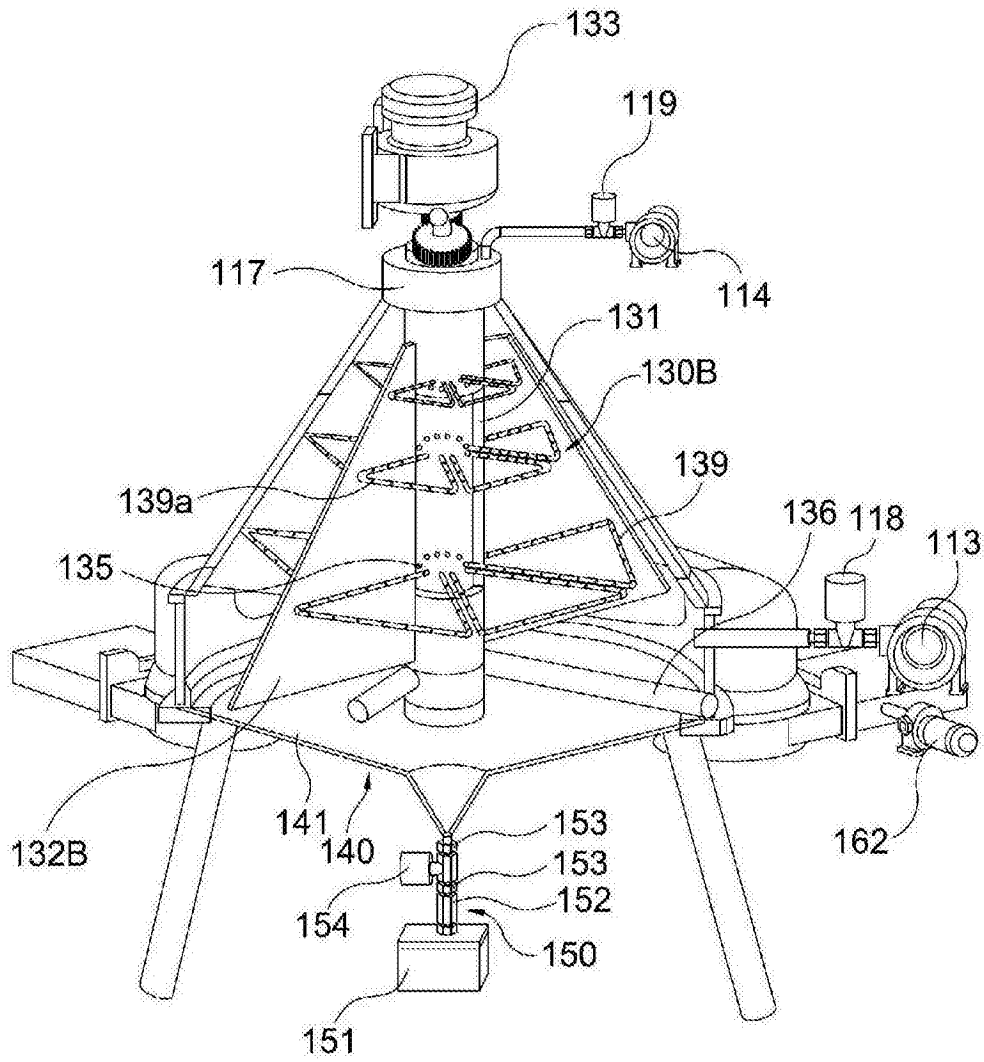


图10

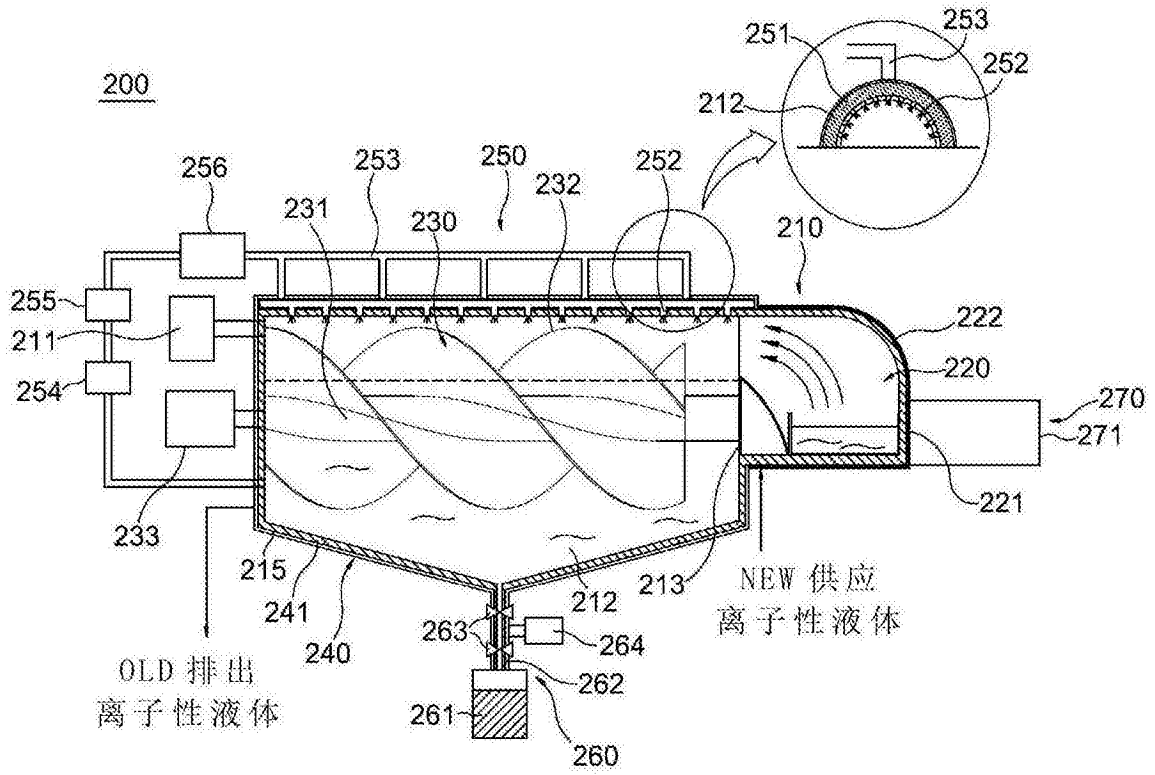


图11

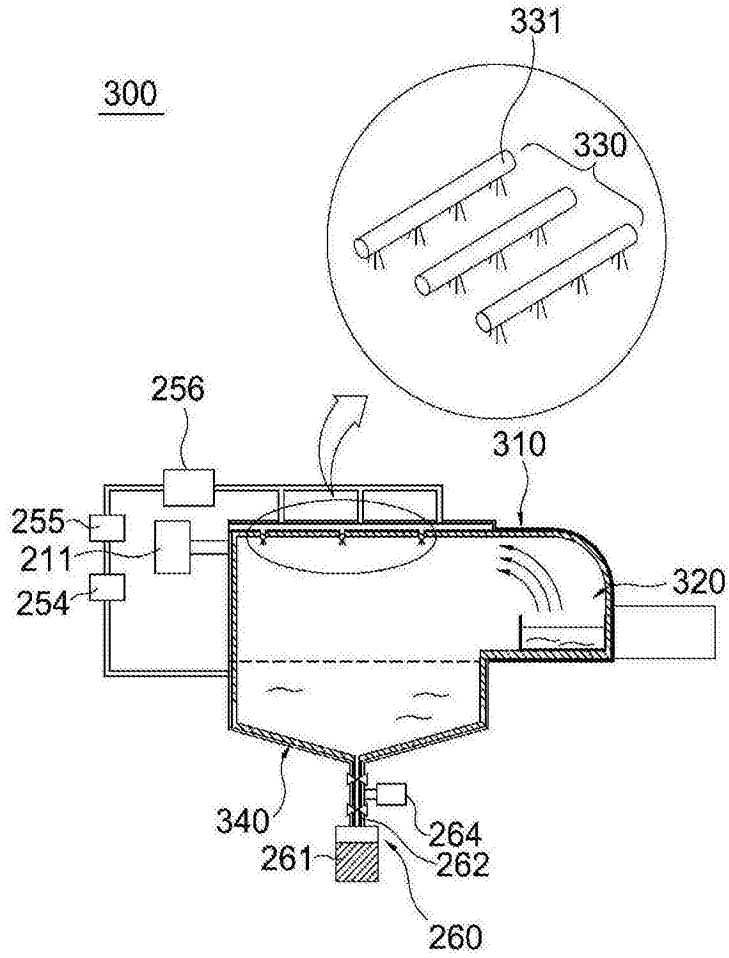


图12

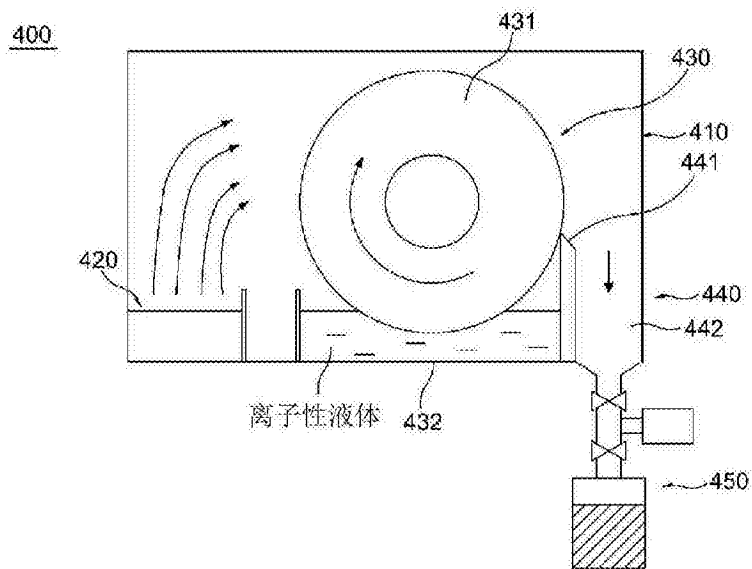


图13

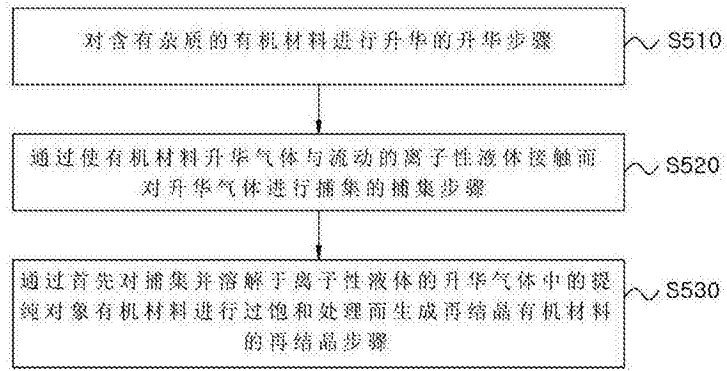


图14

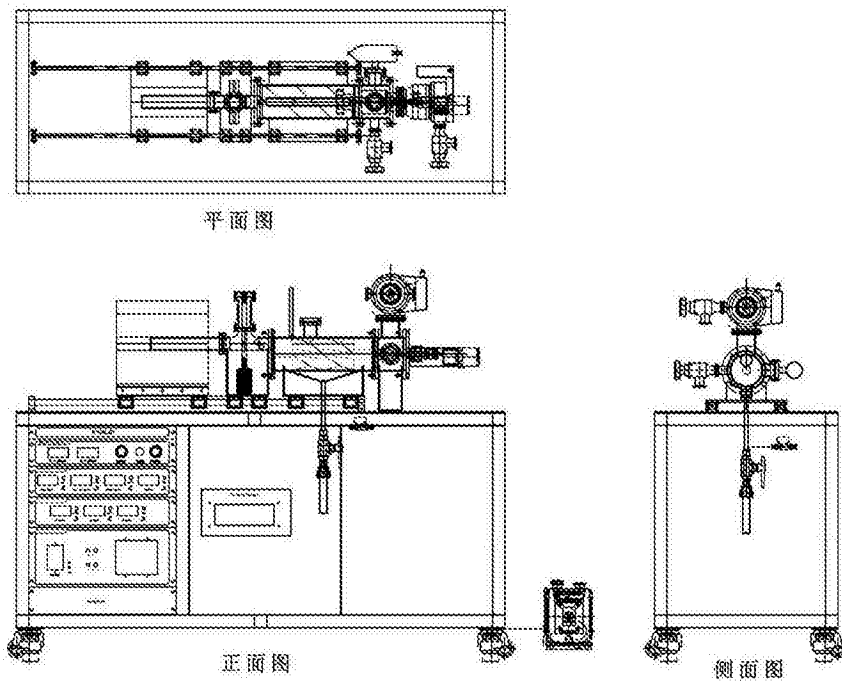


图15

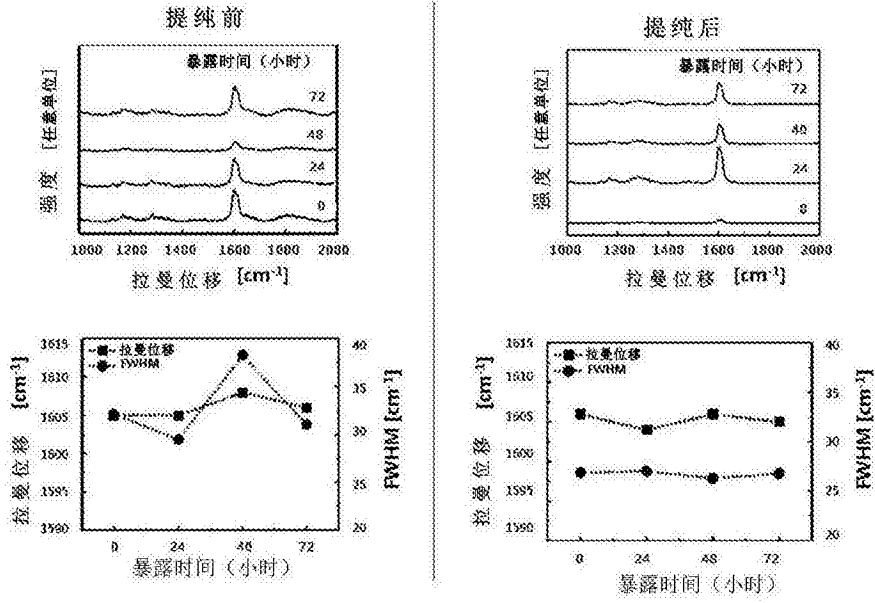


图16

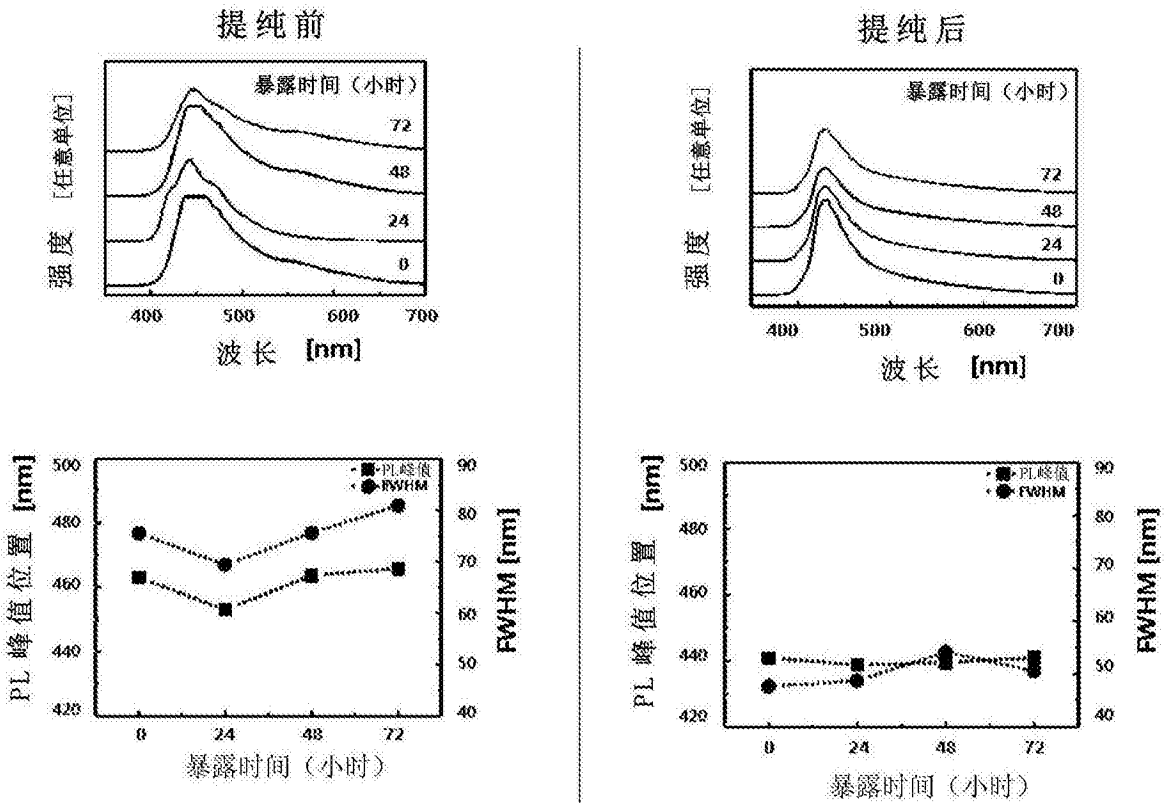


图17

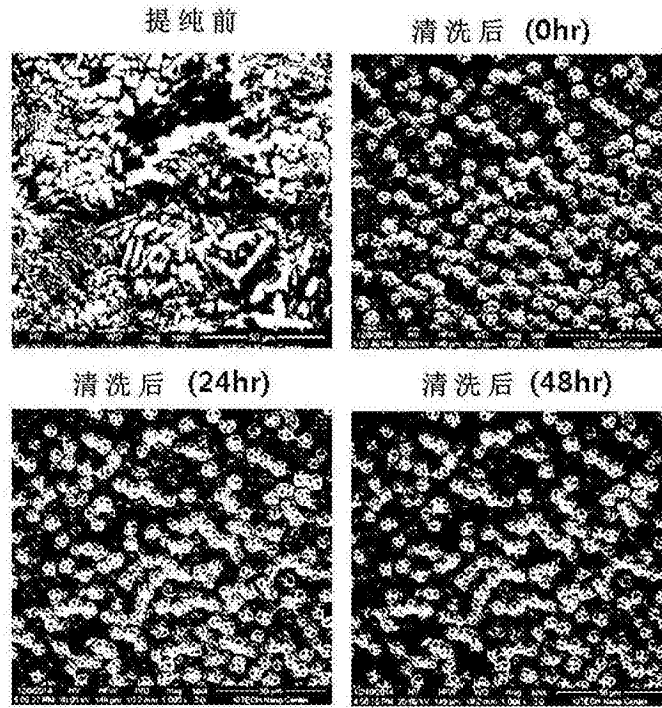


图18

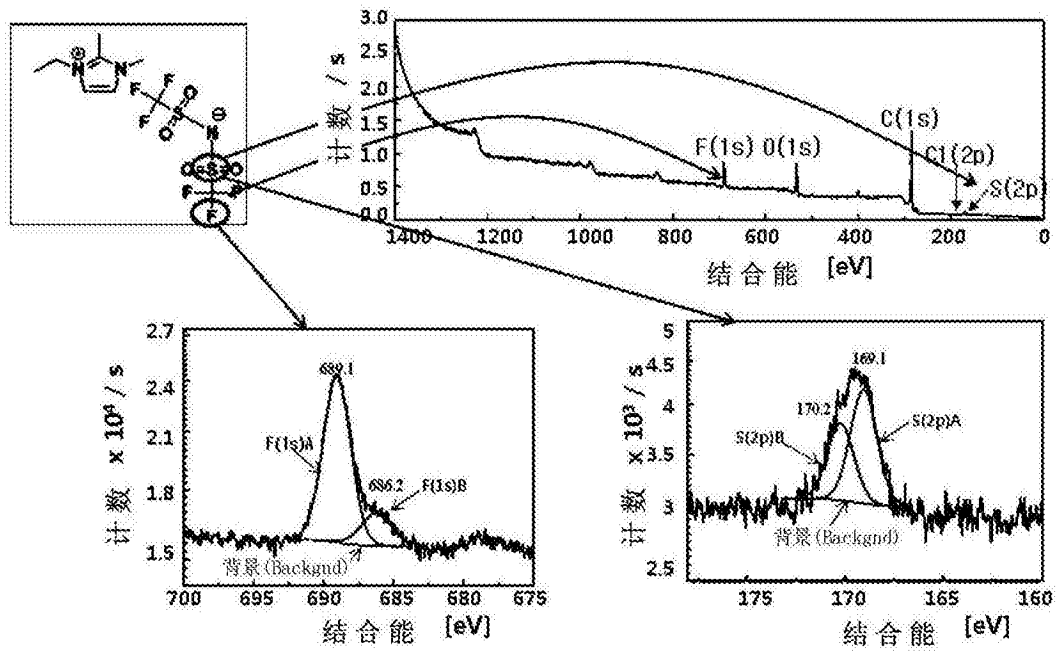


图19

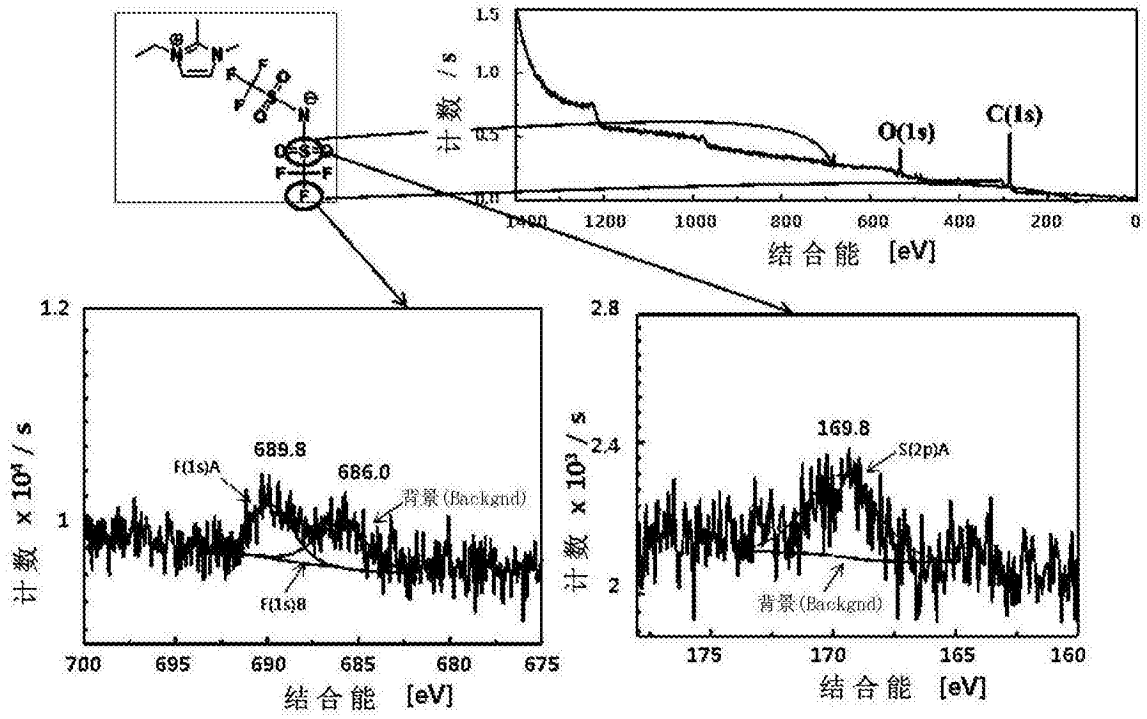


图20