기술분류 + 전기 · 전자 > 디스플레이 소재

18 이온성 액체 공정 기반 OLED용 유기 발광 소재의 hybrid 정제 기술

+ 발명자 _ 진경찬 박사 + 지역본부 _ 충청지역본부 + 부서 _ 스마트제조기술그룹

기술개요

본 기술은 **세계 최초로 이온성 액체(Ionic Liquids, ILs)를 정제 필터로 이용**, OLED용 유기발광 소재의 승화 기체를 용해→과포화→재결정화 단계를 거쳐 정제하는 OLED용 유기발광 소재의 **신개념 저가 대량 정제 기술**임

기술개발 배경

OLED TV 등의 상용화로 고순도 유기발광 소재의 수요가 폭발적으로 증가, 기존 승화정제법의 한계를 돌파할 신개념의 저가 대량 정제 기술 필요

개발기술 특성

기존기술 한계

+ 기존 승화정제법(S→V→S)은 유기발광 소재의 승화점 차이를 이용해 기체-고체 상태에서 불순물을 분리 정제
+ 펌핑에 의한 기체 상태의 소재 유실, 승화 장치 튜브의 구경 제한, 정제물 수거를 위한 장비 가동의 중단으로 인해 생산수율 낮음
+ 작업자의 수작업을 통해 정제물을 수거함으로 소재의 투입, 정제, 수거에 이르는 전공정의 자동화에 한계
+ 초고순도 정제를 위해 반복적인 승화 정제 공정이 필요함으로 고에너지 소비형 공정임

☞ 유기발광 소재의 저가 대량 정제에 한계

개발기술 특성

+ ILs 기반 hybrid 정제법(S→V→L→S)은 유기발광 소재의 승화 기체를 용해→과포화→재결정화 단계를 거쳐 용해도 차이를 이용해 액체-고체 상태에서 불순물을 분리 정제
+ 액체필터인 ILs를 이용함으로 소재 유실이 발생하지 않고, 장치의 대형화, 장비 가동의 중단 없이 정제물 수거가 가능함으로 생산 수율 극대화 가능
+ ILs 내에 생성된 정제물의 수거, 세정, 건조 공정의 자동화가 가능함으로 소재의 투입, 정제, 수거에 이르는 전공정의 자동화 가능
+ 단 1회의 정제공정으로 99.95%대의 고순도 정제가 가능함으로 저 에너지 소비형 공정임

☞ 유기발광 소재의 저가 대량 정제가 가능

기술구현

본 ILs 기반 hybrid 정제법을 이용한 고순도 정제 방법은 아래와 같다.

+ 불순물이 함유된 OLED용 유기발광 소재를 승화시키는 승화 단계
+ 유기발광 소재의 승화 기체를 액체 필터인 ILs에 접촉시켜 용해시키는 용해 단계
+ 용해 단계에서 생성된 혼합용액 내에 유기발광 소재가 과포화되어 재결정화되는 재결정화 단계
+ 위와 같은 단계들을 거쳐 ILs로부터 재결정화된 유기발광 소재만을 수거, 세정 용액(IPA)으로 세정 후 건조시켜 고순도의 유기발광 소재 확보

불순물이 함유된 OLED용 유기발광 소재를 승화

↓

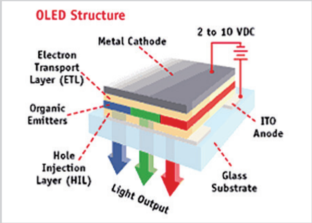
유기발광 소재의 승화 기체를 액체 필터인 이온성 액체에 접촉시켜 용해

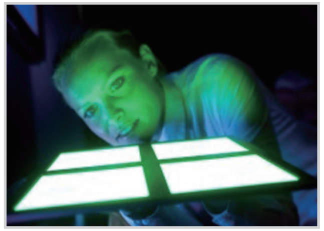
↓

용해 단계에서 생성된 혼합 용액 내에 유기발광 소재가 과포화되어 재결정화

↓

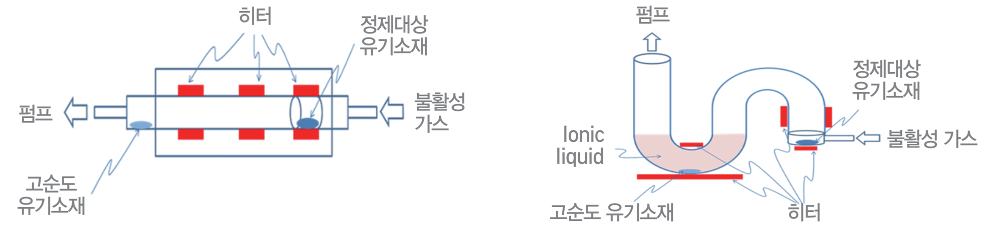
재결정화된 유기발광 소재만을 수거, 세정 용액(IPA)으로 세정 후 건조시켜 고순도의 유기발광 소재 확보

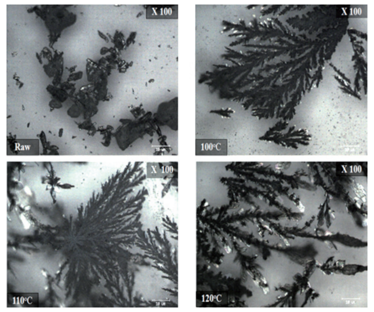




주요도면 사진

【 기존 승화 정제법과 ILs 기반 hybrid 정제법의 컨셉 비교 】





+ 정제공정 전후의 NPB(N,N′-Di-[(1-naphthyl)-N,N′-diphenyl]-1,1′-biphenyl)-4,4′-diamine) 소재의 결정상 광학현미경 사진
  - 상좌 : 정제전
  - 상우 : 기판 온도 100℃에서 정제한 후의 NPB 결정의 형상
  - 하좌 : 기판 온도 110℃에서 정제한 후의 NPB 결정의 형상
  - 하우 : 기판 온도 120℃에서 정제한 후의 NPB 결정의 형상
+ 상기 NPB 결정상을 수거 후 IPA로 세정/건조한 후, HPLC로 분석한 결과, 99.95% 순도 확인(투입 원료의 순도: 80~98%)

기술완성도

TRL 1 > TRL 2 > TRL 3 > TRL 4 > TRL 5 > TRL 6 > TRL 7 > TRL 8 > TRL 9

파일롯 규모 시작품 제작 및 성능 평가

기술활용분야

OLED용 유기발광 소재의 고순도 정제, OLED 소자 공정 후 회수된 유기발광 소재의 재정제

시장동향

+ 세계적 시장분석 전문 업체인 IHS의 보고서 「AMOLED 발광 소재 산업 분석 2014」(2013년 11월 발간)에 의하면, 유기발광 소재의 2014년 시장규모는 4억 3천만 달러에 달하며, 2017년에는 9억 5천만 달러 시장에 달할 것으로 분석하고 있으며, 매년 25% 이상의 성장률을 예측
+ 예상 수요량은 2014년 29.2톤, 2015년 42.5톤, 2016년 58.7톤, 2017년 84.1톤의 수요가 있을 것으로 추정
+ 이러한 시장규모는 한국 업체들의 대면적 AMOLED TV 양산 개시, 2013년부터 공격적으로 투자된 중국, 대만 업체들의 AMOLED TV 생산라인의 가동 개시, OLED 조명의 본격적인 상용화가 개시되면 예측을 뛰어넘는 급격한 속도로 성장할 것으로 전망

지식재산권 현황

'이온성 액체를 이용한 유기소재의 정제 방법 및 정제 장치' 외 15건 출원