

# LC/HRMS<sup>n</sup>を用いた各種雰囲気中で加熱した OLED材料中微量劣化不純物の構造解析

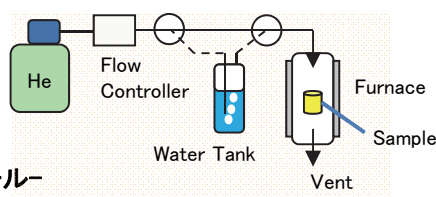
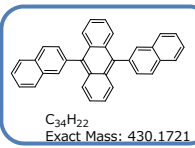
有機EL素子材料は、長寿命化や高信頼性のために高純度の品質が要求されるため、微量不純物の評価が必須である。LC(液体クロマトグラフィー)で成分分離した後、高質量分解能(High Resolution)の多段MS(MS<sup>n</sup>)でスペクトルデータ取得することで、有機微量不純物の組成式推定の高精度化、部分構造の詳細な解釈が可能になった。

## 目的

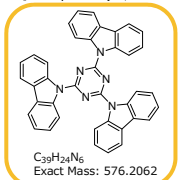
真空加熱蒸着時の品質評価への応用を最終目標として、LC/HRMS<sup>n</sup>を用いた加熱雰囲気による有機EL素子材料ごとの分解生成物の特徴づけを行い、基礎的知見を得る。

## 実験方法

### ①ジ(2-ナフチル)アントラセン



### ②トリ(9H-カルバゾール-9-イル)トリアジン



a. He流通雰囲気  
b. H<sub>2</sub>O含有He雰囲気  
【加温条件】  
RT→20°C/min→500°C

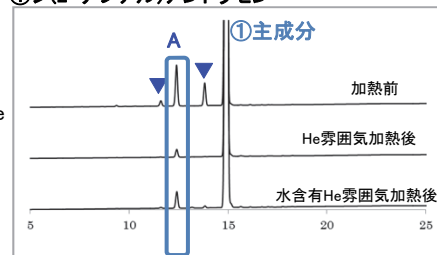
加熱後残渣のTHF溶液を調製

LC/UV測定  
LC/HRMS<sup>n</sup>測定

## LC/UV測定結果

### ✓ LC/UVクロマトグラムの試料間比較 (254nm)

#### ①ジ(2-ナフチル)アントラセン

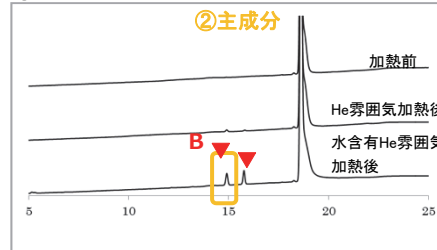


ピーク面積比(%)

	主成分	A
加熱前	92.69	4.39
He雰囲気加熱後	99.02	0.92
水含有He雰囲気加熱後	97.90	1.77

▼ : He雰囲気下加熱により、分解もしくは系外への放出(昇華)が起こっている不純物

#### ②トリ(9H-カルバゾール-9-イル)トリアジン



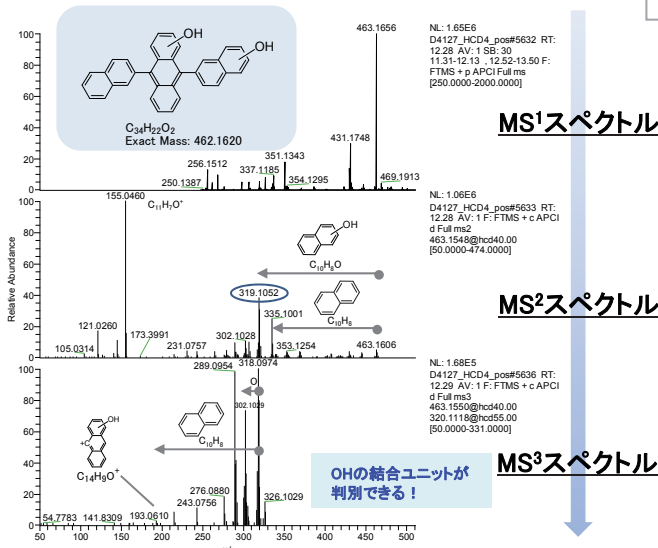
ピーク面積比(%)

	主成分	B
加熱前	99.69	0.00
He雰囲気加熱後	98.81	0.55
水含有He雰囲気加熱後	95.24	2.12

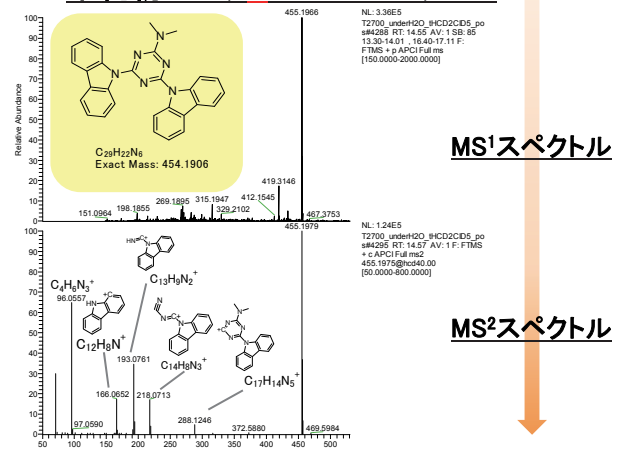
▼ : 水含有He雰囲気下加熱により生成した不純物

## LC/HRMS<sup>n</sup>結果

### ✓ 不純物ピークAのマススペクトル



### ✓ 不純物ピークBのマススペクトル



結合ユニットの推定、壊れにくいプロダクトイオンの詳細な構造解析にMS<sup>n</sup>による解析が有効

炭化水素系材料はHe流通下加熱により不純物が低減しているのに対して、カルバゾール基を含むヘテロ元素骨格の材料は、水分含有環境での加熱により、カルバゾール基が分解した不純物が生成していた