

有机发光半导体材料的制备纯化 ~ 从少量制备扩展到大量制备 ~

中岛 康介

01-00136-CN

对用户的好处

- ◆ 可使用分析型 SFC 系统直接进行制备纯化。
- ◆ 分析条件可以很容易地适用于大量制备。
- ◆ 使用制备型 SFC 系统，即使在进样大量样品溶液的情况下，仍可保持良好的色谱峰形。

简介

有机发光半导体材料是一组用于制造 OLED 显示屏的化合物，主要由可产生荧光的多环芳烃构成。有机发光半导体材料的合成和杂质的结构表征是开发新的、高性能产品必不可少的，而多数情况下需要高纯度化合物，因此需要纯化目标组分。

本文中，我们介绍了使用超临界流体色谱 Nexera UC 分析系统进行小容量制备以及 Nexera UC Prep 用于大量制备。

利用 SFC 分析有机发光半导体材料

在已经报道的应用新闻中，介绍了使用超临界流体色谱分析仪 Nexera UC 的方法开发系统建立有机发光半导体材料分析条件的工作流程。图 1 所示为 3 种目标有机发光半导体材料，表 1 所示为分析条件，图 2 所示为分析结果。

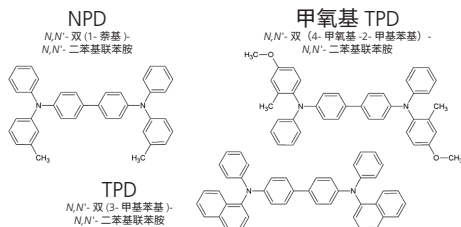


图 1 有机发光半导体材料的结构 (NPC、甲氧基 TPD、TPD)

表 1 分析条件 (分析型 SFC)

色谱柱	: Shim-pack™ UC Diol II *1 (250 mm × 4.6 mm I.D., 5 μm)
流动相	: A: CO ₂ B: 乙醇
流速	: 3 mL/min
时间程序	: B 浓度 5% (0-1 min) → 40% (6-8 min) → 0% (8.01-10 min)
柱温	: 40°C
进样体积	: 5 μL 四氢呋喃作为溶剂 (每种化合物含 250 mg/L)
样品瓶	: SHIMADZU LabTotal™ 用于 LC 1.5 mL, 玻璃*2
BPR 参数	: 10 MPa
检测器	: PDA 350 nm (参比波长 400 nm)

* 1 P/N: 227-32606-02、* 2 P/N: 227-34001-01

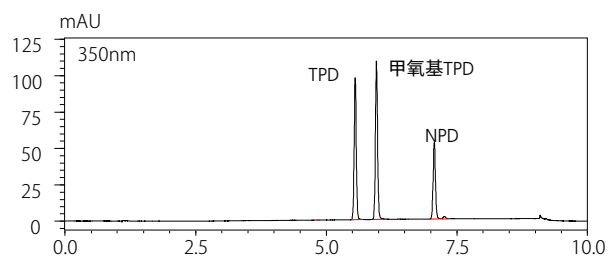


图 2 有机发光半导体材料的分析色谱图

有关分析型馏分收集系统

岛津制作所的超临界流体色谱分析仪 Nexera UC 可通过连接馏分收集器 FRC-40 SF 进行制备纯化。(图 3 分析型馏分收集系统)。Nexera UC 方法开发系统也可升级为分析型馏分收集系统，实现从分析条件的研究顺利过渡到目标分析物的纯化。



图 3 分析型馏分收集系统

有机发光半导体材料的少量制备和纯度确认

使用分析馏分收集系统，研究了有机发光半导体材料的制备纯化 (图 4)。制备条件与表 1 所示相同，使用 5 g/L 的样品溶液作为纯化对象。在制备操作过程中，使用自动清洗制备喷嘴和气液分离器的谱峰间吹扫功能，来减少污染 (图 4 蓝色区间)。

使用分析馏分收集系统对所得馏分进行重新分析，确认纯度。得到的重新分析色谱图如图 5 所示，纯度确认结果如表 2 所示。利用分析馏分收集系统进行少量制备时，可实现 96% 以上的高纯度分离纯化。

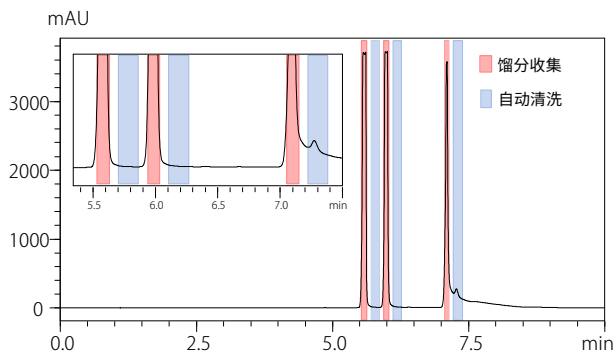


图 4 制备色谱图 (分析型馏分收集系统)

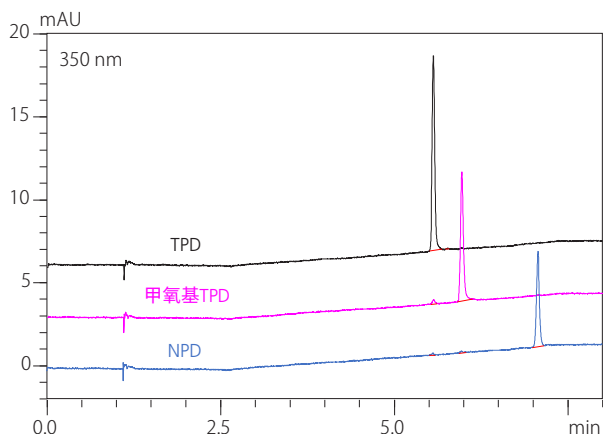


图 5 回收馏分的重新分析色谱图

表 2 馏分中目标组分的纯度 (面积百分比 UV 350 nm)

	面积 %
TPD	99.7
甲氧基 TPD	97.2
NPD	96.7

■ 利用 Nexera UC Prep 和 Shim-pack UC 系列提高制备量

使用前述分析馏分收集系统进行少量制备时, 每次分析可纯化 25 μg 的粗品。为纯化更多粗品, 需要提高制备纯化的规模。

通过选择使用同一填充剂的粗内径色谱柱产品, 可轻松地提高到大量制备的规模 (参照: 技术报告 C190-0500)。本文选择了内径 20 mm 的色谱柱, 并使用兼容该色谱柱的大量制备装置 Nexera UC Prep。

表 3 所示为利用 Nexera UC Prep 进行制备纯化的条件, 图 6 所示为进样 200 μL 样品溶液时的制备色谱图。通过 Nexera UC Prep, 可在与分析馏分收集系统相同的分析时间内纯化约 40 倍的粗品。

表 2 分析条件 (制备型 SFC)

色谱柱	: Shim-pack UC Diol II ^{*3} (250 mm \times 20 mm I.D., 5 μm)
流动相	: A: CO_2 B: 乙腈
流速	: 60 mL/min
尾吹流量	: 5 mL/min (四氢呋喃)
时间程序	: B 浓度 2% (0-1 min) \rightarrow 40% (6-8 min) \rightarrow 0% (8.01-10 min)
柱温	: 40 $^\circ\text{C}$
进样体积	: 200 μL 四氢呋喃作为溶剂 (每种化合物含 5 g/L)
样品瓶	: 10 mL 螺口瓶 ^{*4}
BPR 参数	: 10 MPa
检测器	: PDA 350 nm (参比波长 400 nm) 制备池

^{*3} P/N: 227-32606-04、^{*4} P/N: 18 09 1306-1 (岛津 GLC)

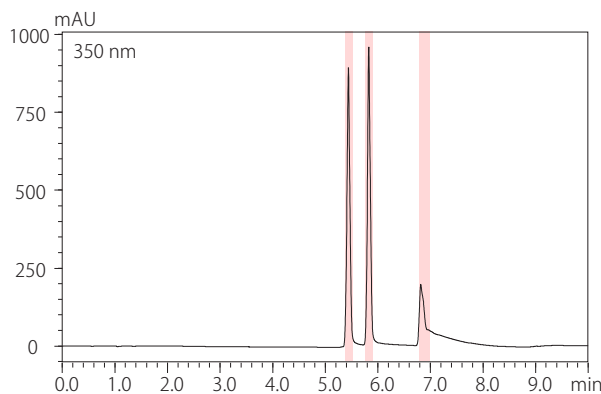


图 6 制备色谱图 (Nexera UC Prep)

■ 改善进样大量样品溶液时发生的峰形变差

大量制备时, 每次上样的化合物量很重要, 但如果增加样品溶剂的体积, 由于溶剂的影响, 峰形可能会变差。Nexera UC Prep 采用柱上稀释法, 溶剂被稀释到所需的比例, 最大限度地减少了因溶剂影响而导致的峰形变差。

本文以四氢呋喃为样品溶剂, 研究了大量进样时的峰形变差。样品进样量从 200 μL 升至 1800 μL 时的色谱图如图 7 所示。

结果表明, 进样 1800 μL 时仍可保持良好的峰形。

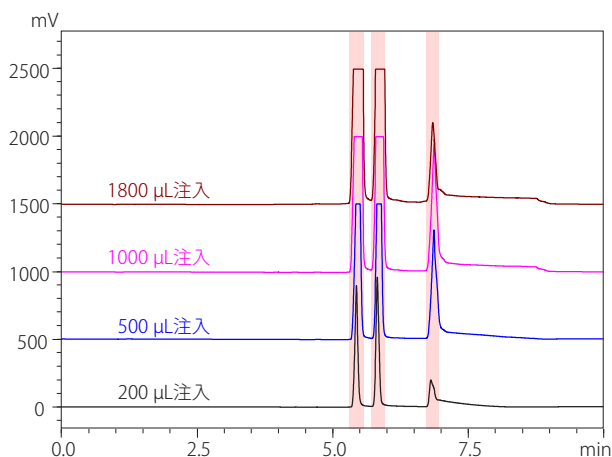


图 7 制备色谱图
(进样量: 200 μL 、500 μL 、1000 μL 、1800 μL)

■ 结论

本文介绍了使用超临界流体色谱分析仪, 以有机发光半导体材料为对象进行的小批量制备及向大批量制备扩展的情况。有机发光半导体材料的开发和质量控制中, 目标组分的合成、纯化、分析均十分重要。利用支持从分析条件研究到少量制备的 Nexera UC, 以及支持支持大批量制备的 Nexera UC Prep, 可提高有机发光半导体材料的开发和质量控制相关业务的效率。

岛津应用云



Nexera、Shim-pack、及 Shimadzu LabTotal 是岛津制作所株式会社在日本与其他国家的商标。



岛津企业管理 (中国) 有限公司
岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2021 年 3 月