

Application News

No. 01-00266-K

LCMS-2050 High Performance Liquid Chromatograph Mass Spectrometer

LCMS-2050 질량분석기를 이용한 유기 EL 재료 및 불순물 분석

Analysis of Organic EL Materials and Impurities Using Single Quadrupole Mass Spectrometer

■ 서론

유기 EL 재료 (Organic electro-luminescence materials) 는 유기 발광 다이오드 디스플레이 및 기타 제품을 만드는 데 사용되는 다환 방향족 발광 화합물을 말한다. 고성능 디스플레이 개발을 위해서는 고품질 유기 EL 재료가 필요하기 때문에 재료에 포함된 불순물 농도를 제어하고 평가해야 한다. 이 뉴스레터에서는 고성능 액체 크로마토그래프와 단일 사중극자 질량분석기를 이용하여 유기 EL 재료의 합성을 확인하고, 그 안에 포함된 불순물의 분자량을 예측하는 내용을 설명하였다.



Nexera™ 고성능 액체 크로마토그래프 및 LCMS™-2050 단일 사중극자 질량 분석기

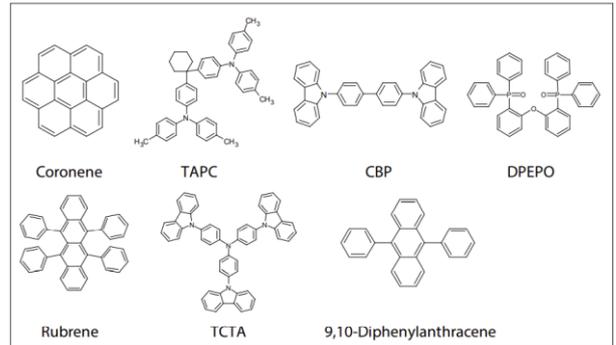
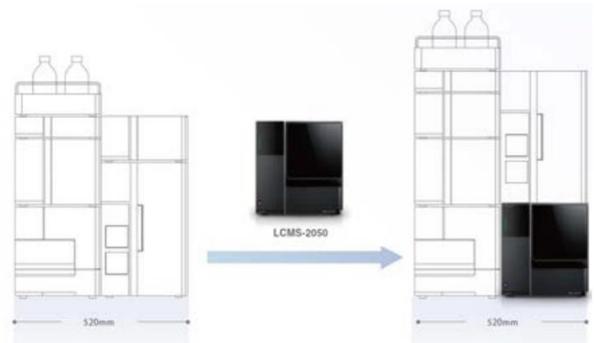


그림 1. 측정 대상 화합물

■ 분석기기 및 분석 조건

분석조건은 표 1과 같다. LCMS-2050 단일 사중극자 질량분석기와 LC의 크기는 거의 같다. 기존 Nexera™ 시리즈 또는 i-시리즈 LC 시스템에 포함할 수 있다.



LCMS™-2050 기기를 Nexera™시리즈 HPLC 시스템에 통합하는 그림

■ LC-MS를 이용하여 유기 EL 재료의 합성 확인

유기 EL 재료의 합성 여부를 판단하기 위해 사용되는 대표적인 기술 중 하나는 질량분석기를 이용하여 분자량을 확인하는 것이다. 합성을 확인할 때, 측정 대상 물질의 조성이 이미 예측된 경우, 정확한 질량 측정이 반드시 필요한 것은 아니다. 이 뉴스레터에서는 단일 사중극자 질량분석기를 이용하여 유기 EL 재료의 분자량을 확인하는 것을 예로 설명하였다.

■ 측정 대상 화합물

이 예에서는 7종의 상업용 유기 EL 재료를 측정하였다 (그림 1). 각 화합물을 1 mg/mL의 농도가 되도록 테트라하이드로퓨란(THF)에 용해시킨 후, 해당 시료를 테트라하이드로퓨란/메탄올=1/1(v/v)로 10 배 희석하여 표준 시료로 조제하였다.

표 1. LC-MS/MS 분석 조건

[HPLC conditions] (Nexera X3)	
Column	: Shim-pack Scepter™ C18-120*1 (100 mm x 2.1 mm I.D., 1.9 µm)
Mobile phase	: Methanol
Flow rate	: 0.4 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection volume	: 1 µL
Detection	: PDA 210-500 nm
[MS conditions] (LCMS-2050)	
Ionization	: ESI/APCI (DUIS), Positive and Negative mode
Mode	: Scan (<i>m/z</i> 250-800)
Interface Voltage	: +3.0 kV / -2.0 kV
Corona Needle Voltage	: +3.0 kV / -2.0 kV
DL/QA Voltage	: +20 V / -20 V
Nebulizing Gas Flow	: 2.0 L/min
Drying Gas Flow	: 5.0 L/min
Heating Gas Flow	: 7.0 L/min
DL Temperature	: 200 °C

*1 P/N: 227-31012-05

■ 결과 및 토의

각 화합물은 표 1에 기재된 분석 조건에 따라 스캔 모드로 분석하였으며, 검출된 주요 피크의 질량 스펙트럼은 그림 2와 같다.

각 화합물에서 특징적인 이온이 검출되었다. 그 결과, 다환 방향족 화합물과 같은 저극성 화합물도 LCMS-2050에서 쉽게 이온화 될 수 있음을 확인하였다.

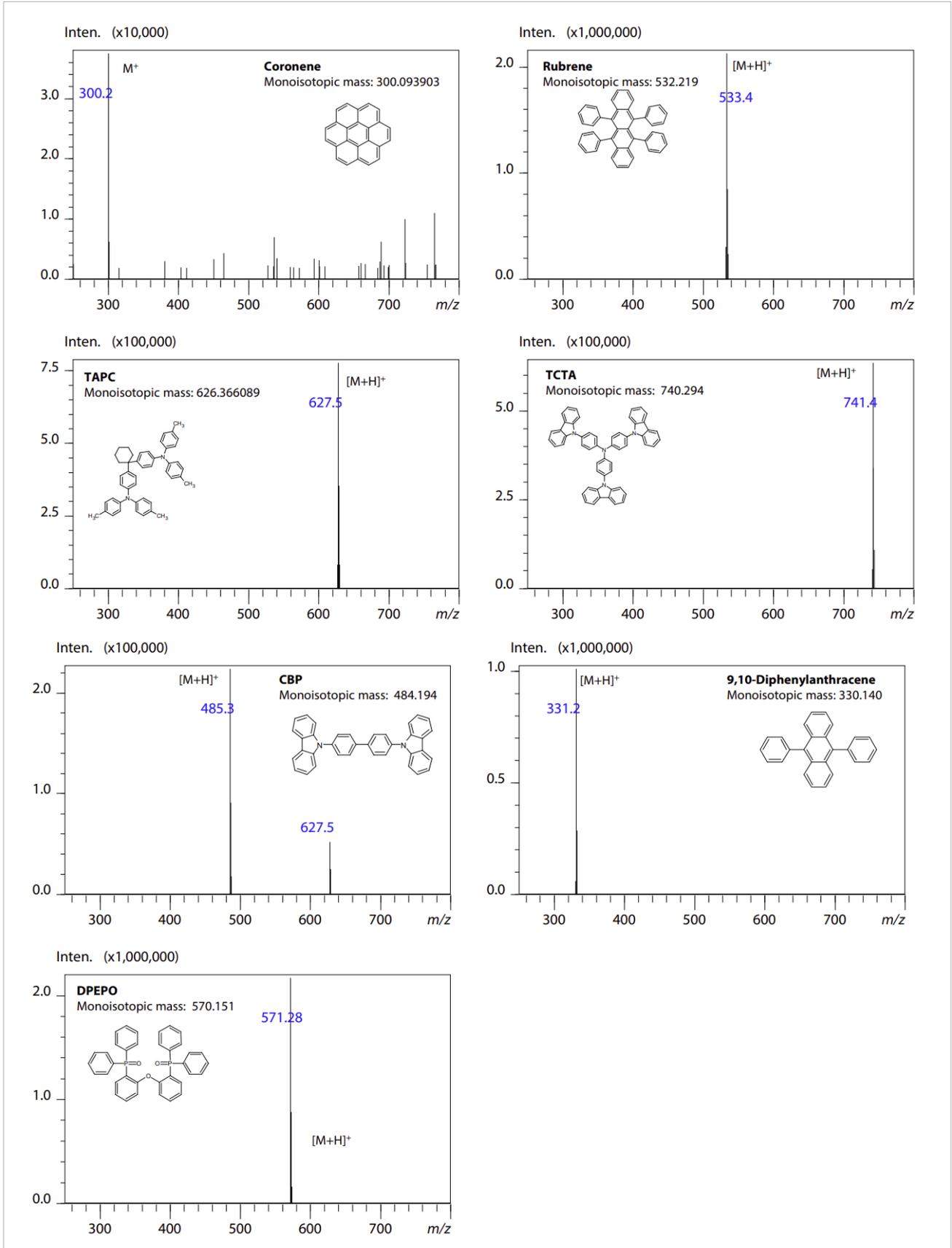


그림 3. PDA 크로마토그램에서 주요 피크의 MS spectra

■ 유기 EL 재료의 불순물 분석

유기 EL 재료 개발에는 합성된 화합물을 확인하는 것 외에도 불순물 확인 및 제어가 필요하다. 유기 EL 재료에는 미반응 화합물 및 합성에 의한 분해 생성물 또는 제조 공정 중에 사용되는 도구 및 시약에서 오는 혼합물 등의 다양한 불순물이 포함될 수 있다. 형광 또는 인광 화합물은 유기 EL 재료에 사용되어 빛을 방출하기 때문에, 자외선에서 가시광선 범위의 빛을 흡수하는 형광 또는 인광 화합물인 불순물의 양을 줄이는 것이 특히 중요하다.

자외선-가시광선 범위의 빛을 흡수하는 화합물은 PDA 검출기로 효과적으로 분석할 수 있지만 불순물을 식별하려면 표준 시료를 분석하여 UV 스펙트럼을 얻고, 머무름 시간을 확인하는 것이 필수적이다. 그러나 이 방법은 별도의 분석을 수행하는데 시간과 수고가 필요하며, 일부 불순물에 대해서는 표준시료를 구할 수 없기 때문에 PDA 검출기 분석만으로 불순물을 식별하기는 어렵다. UV 검출기와 질량분석기의 결합으로 UV 크로마토그램에서 검출된 피크를 질량분석기를 통해 질량정보를 얻을 수 있고, 알고 있는 불순물을 확인하거나 미지 불순물을 쉽게 예측할 수 있다. 예로, 분자량이 확인된 화합물 중 TAPC에서 검출된 불순물의 분자량을 확인하였다.

■ 결과 및 토의

TAPC에서 극미량 불순물에 대한 피크가 확인되었으며, TAPC에 대한 UV 크로마토그램은 그림 3에 나타내었다. 불순물 피크에서 검출된 특성 이온은 표 2에 나타내었으며, 해당 이온에 대한 MS 크로마토그램은 그림 4에 나타내었다. 질량 크로마토그램 피크의 머무름 시간은 PDA 결과와 일치하며, 검출된 모든 주요 불순물 피크에 대한 m/z 값이 확인되었다.

■ 결론

이 뉴스레터에서는 고성능 액체 크로마토그래프(Nexera X3)와 단일 사중극자 질량분석기(LCMS-2050)를 사용하여 유기 EL 재료 및 해당 불순물을 분석하는 방법을 설명하였다. 특정 파장에서 UV 크로마토그램을 확인하기 위해 PDA 검출기를 이용하여 자외선-가시광선을 흡수하는 불순물을 선택적으로 검출하였다.

UV 크로마토그램에서 검출된 피크의 질량 스펙트럼을 확인하기 위해 단일 사중극자 질량분석기를 이용하여 불순물의 분자량을 확인할 수 있었다.

단일 사중극자 질량분석기와 PDA 검출기를 함께 사용함으로써 유기 EL 재료 합성 확인 및 불순물 분석이 용이하였다.

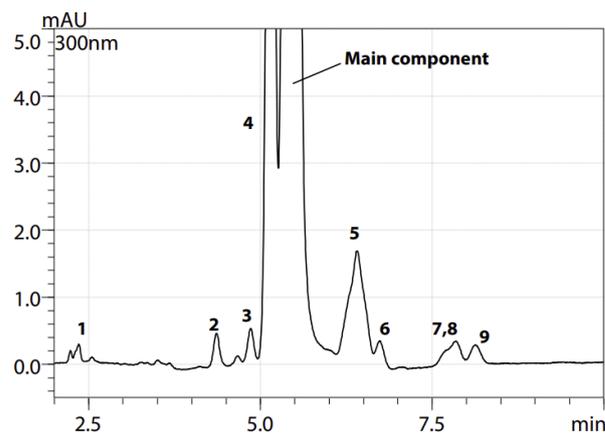


그림 3. PDA 크로마토그램

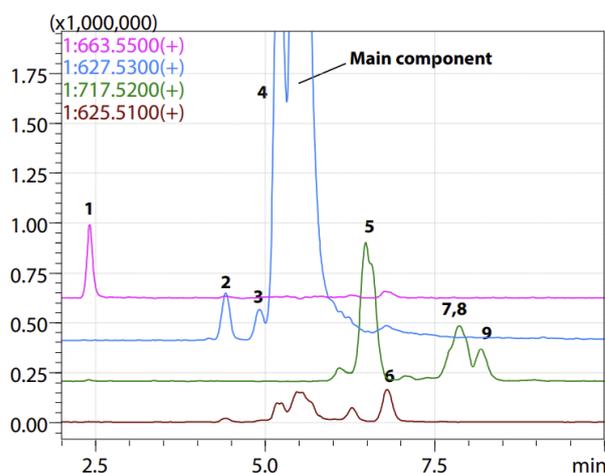


그림 4. 불순물 피크의 MS 크로마토그램

표 2. 불순물 피크로부터 검출된 특성 이온

Peak No.	머무름 시간 (분)	m/z
1	2.41	663.6
2	4.43	627.5
3	4.90	627.5
4	5.21	627.5
5	6.46	717.5
6	6.79	625.5
7	7.76	717.5
8	7.86	717.5
9	8.21	717.5