



SCAS Sumika Chemical Analysis Service



九州大学

九州大学広報室

〒819-0395 福岡市西区元岡 744

TEL:092-802-2130 FAX:092-802-2139

MAIL:koho@jimmu.kyushu-u.ac.jp

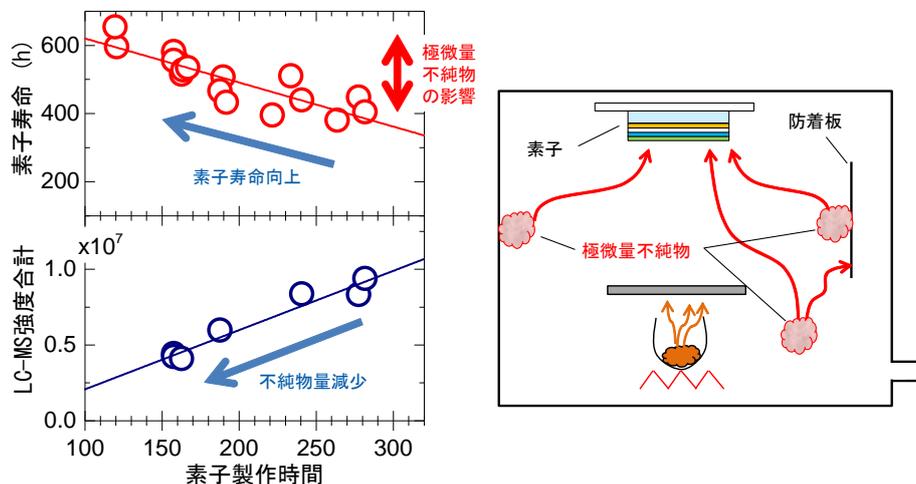
URL:http://www.kyushu-u.ac.jp

PRESS RELEASE (2016/12/14)

有機 EL 素子の耐久性に真空中の極微量不純物が影響を与えることを解明 ～有機 EL 素子寿命の再現性確立と長寿命化に期待～

九州大学最先端有機光エレクトロニクス研究センター(OPERA) 安達千波矢センター長、公益財団法人福岡県産業・科学技術振興財団 有機光エレクトロニクス実用化開発センター(i³-OPERA) 藤本弘研究室長(九州大学 客員准教授)、公益財団法人九州先端科学技術研究所(ISIT) 八尋正幸研究室長(九州大学 客員教授)の研究グループは、株式会社住化分析センターとの産官学連携の共同研究において、有機 EL 素子を短時間で製作することにより、素子の耐久性が著しく向上することを見出しました。この原因は、真空蒸着チャンパー内に存在している 1 分子層にも満たないほどの極微量と推定される不純物が有機半導体材料の蒸着中に混入するためであり、それにより素子劣化が引き起こされることを明らかにしました。本研究では、液体クロマトグラフ質量分析計(LC-MS)(※1)による精密質量から不純物の構造を解析した結果、一般的に樹脂の添加剤として使用される化合物、過去に蒸着した有機材料やその分解物と思われる化合物等が推定されました。これらはチャンパー内の構成部品や残留物に由来すると推測されます。従来の製造プロセスでは外的劣化要因として主に真空中の水分量を管理してきましたが、この成果により水分量のみならず極微量不純物量や素子製作時間を管理することで、これまで困難であった有機 EL 素子寿命の再現性の確立に繋がり、今後、様々な有機エレクトロニクス素子の長寿命化や劣化メカニズムの解明に貢献するものと期待されます。

本研究成果は、2016年12月13日(火)午前10時(英国時間)に英国国際学術誌 Nature 姉妹紙のオンラインジャーナルである『Scientific Reports』に掲載されました。



左：デバイス製作時間と素子寿命（上）と不純物量（下）
右：真空チャンパー内の不純物のイメージ

研究者からひとこと：

真空は清浄な空間を形成するために、オイルフリーの真空ポンプや洗浄工程が研究・開発されてきました。しかしながら、有機材料は室温でもチャンパー内を浮遊し、自らが素子劣化の原因となることが分かりました。本知見が有機エレクトロニクスの発展に貢献できれば幸いです。(藤本)

【お問い合わせ】九州大学最先端有機光エレクトロニクス研究センター センター長 安達千波矢
電話：092-802-6920 FAX:092-802-6921
Mail: adachi@opera.kyushu-u.ac.jp
Web: <http://www.cstf.kyushu-u.ac.jp/~adachilab/lab/>

■背景

有機 EL は真空チャンバー内で有機材料を加熱し、蒸発した材料を基板に付着させることで薄膜を積層する蒸着法によって製作されます。陰極と陽極で挟まれた有機膜の膜厚は合計で約 100 ナノメートル程度であり、薄膜に電気を流すことで発光するため、次世代のディスプレイや照明への応用が進められています。商品化のためには、有機 EL 素子の耐久性をより一層向上する必要があり、世界中で研究開発が進められています。しかしながら、これまでは有機 EL 素子を作る装置や場所、時期等の環境によって、素子寿命が大きく異なることが知られていました。このような寿命を低下させる外的劣化要因としては主に真空中の水分量が指摘されており、製造プロセスではチャンバーの圧力や水の分圧が管理されてきました。

■内容

有機 EL 素子を同じ構造で定期的に製作しても、素子の電流－電圧－発光効率特性の再現性は良好であるにも関わらず、素子寿命が製作する日によって大きく異なっていました。この結果を解析したところ、寿命は素子製作時間に大きく依存しており、有機 EL 素子を短時間で製作するほど、素子の耐久性が向上することを見出しました（図 1）。

この原因として、真空チャンバー内の不純物に着目し、チャンバーの接触角（※2）を測定することによって汚れ具合を評価しました。接触角が 43 度と高い時に素子を製作した場合と、チャンバーを洗浄して有機 EL 素子を製作したところ、洗浄後は接触角が 17 度に低下し、同時に素子寿命は約 5 倍に向上しました。この後、高真空排気を続けて水の分圧が約 4 分の 1 になりましたが、素子寿命は変化しなかったことから、チャンバー内の微量不純物が素子寿命に大きな影響を与えていることが分かりました（図 2）。そして、チャンバー内の不純物について液体クロマトグラフ質量分析計（LC-MS）による精密質量から構造を解析した結果、チャンバーの構成部品である樹脂に由来すると思われるアジピン酸化合物やフタル酸化合物、室温であるにも関わらずチャンバー内に浮遊している過去に蒸着した有機材料とその分解物と思われる化合物等、多数の不純物が素子内に取り込まれていることが明らかとなりました。徹底したチャンバー洗浄により、チャンバー内にこのような不純物は減少し、特に過去に蒸着した有機材料とその分解物は大幅に減少しました。

このような不純物は素子製作時間が長いほど多く有機層に付着し（図 3）、1 分子層にも満たないほどの極微量と推定される不純物が有機材料蒸着中に混入することによって、劣化が引き起こされることを突き止めました。

■今後の展開

真空チャンバー内の極微量の不純物が素子劣化の一因であることが明らかとなりました。これにより、水分量のみならず極微量不純物量や素子製作時間を管理することで、これまで困難であった有機 EL 素子の寿命の再現性を確立することができました。今後、様々な有機エレクトロニクス素子の長寿命化や劣化メカニズムの解明に貢献するものと期待されます。

【用語解説】

（※1）液体クロマトグラフ質量分析計（LC-MS）：

液体クロマトグラフ（LC）にて分離した各成分をイオン化室にてイオン化し、質量分析計（MS）にて検出する装置です。今回は、真空チャンバー内に滞在させたシリコンウエハーに付着した不純物を溶媒に溶かして、LC-MS 分析を行いました。

（※2）チャンバーの接触角：

UV オゾン処理によって洗浄された ITO 基板を高真空排気されたチャンバー内に 30 分間滞在させた後、この ITO 基板に水を滴下して基板と水の角度を測定したものです。UV オゾン処理後は ITO 基板表面の水の濡れ性は高いため接触角は低いですが、不純物が付着すると撥水性となるため、接触角が高くなります。この性質を利用して不純物量を評価する技術です。

■論文情報

論文タイトル：Influence of vacuum chamber impurities on the lifetime of organic light-emitting diodes

Sci. Rep. 6, 38482 (2016); doi: 10.1038/srep38482.

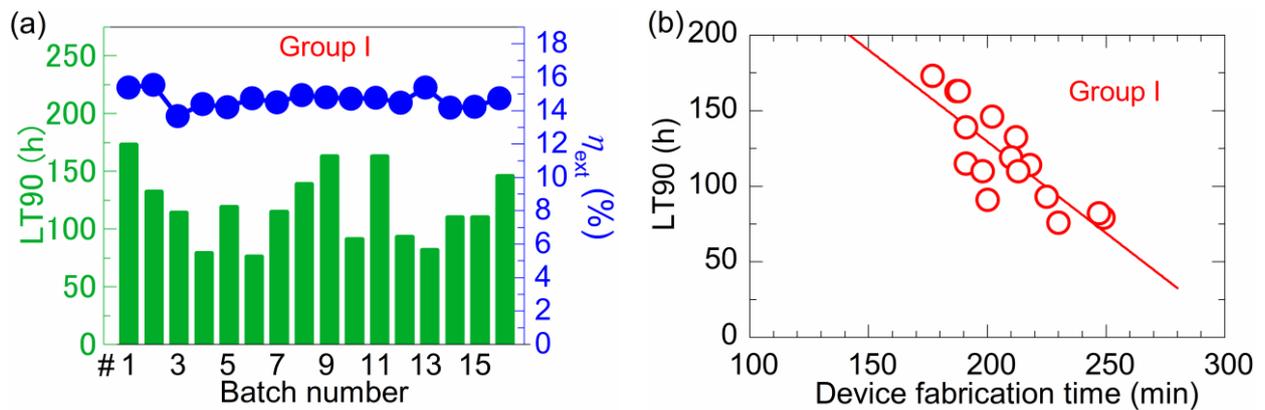


図1. (a) 製作した有機 EL 素子の発光効率（外部量子効率）と寿命を時系列順に並べたもの。(b) 素子製作時間と寿命の関係。

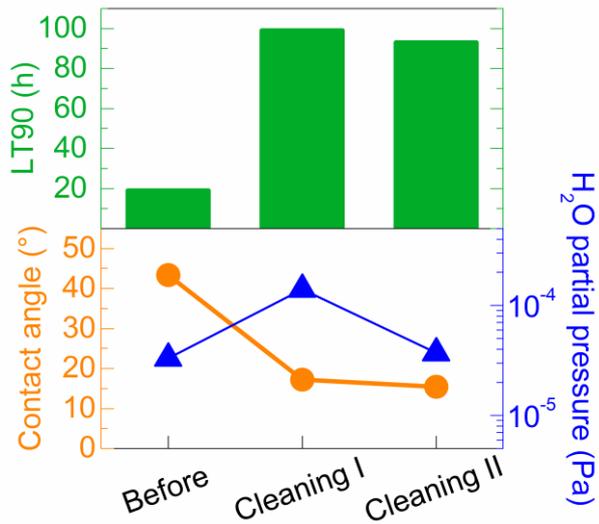


図2. 洗浄前後の素子寿命とチャンバーの接触角と水の分圧。Before: 洗浄前、Cleaning I: 洗浄後に一晩高真空排気を行った素子、Cleaning II: さらに2日間高真空排気を行った素子。

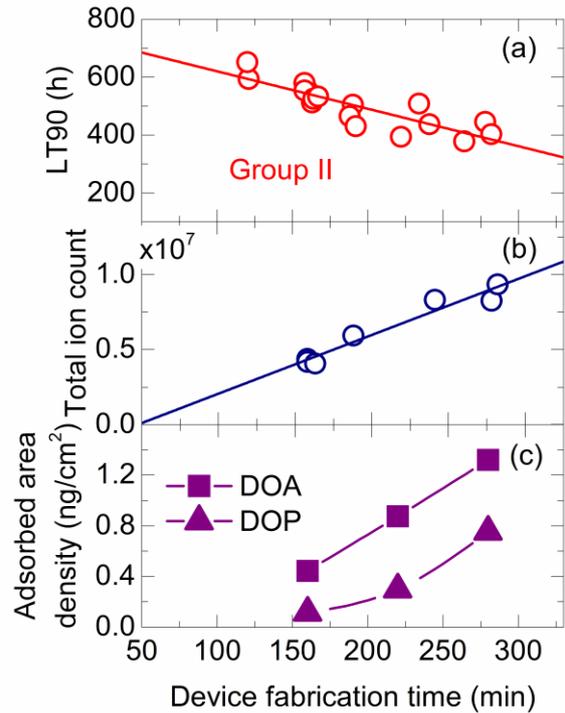


図3. 有機 EL 素子製作時間と、(a) 素子寿命、(b) 付着する不純物量、(c) 付着する可塑剤の量。

【お問い合わせ】

＜本研究に関すること＞

九州大学
最先端有機光エレクトロニクス研究センター
センター長 安達 千波矢（あだち ちはや）
TEL : 092-802-6920
FAX : 092-802-6921
Mail : adachi@opera.kyushu-u.ac.jp

公益財団法人 福岡県産業・科学技術振興財団
有機光エレクトロニクス実用化開発センター
研究室長 藤本 弘（ふじもと ひろし）
TEL : 092-805-1850
FAX : 092-805-1851
Mail : fujimoto@opera.kyushu-u.ac.jp

＜分析に関すること＞

株式会社住化分析センター
技術開発センター
グループリーダー 今西 克也（いまにし かつや）
TEL : 06-6466-6483
FAX : 06-6466-5242
Mail : imanishi@scas.co.jp