

## L307

## 有機薄膜の塗布乾燥過程の動的観察と構造評価

(東大院工) ○(学)奥 圭介\*・(正)稲澤 晋・(正)辻 佳子・(正)山口 由岐夫

## 1. 緒言

有機 EL や有機 TFT、有機太陽電池など、有機物特有の材料のフレキシブルさを生かしたデバイスは、近年大きな注目を集めている。有機デバイスの性能や寿命は有機薄膜の構造に依存すると考えられる。有機半導体は、Alq3 やポルフィリン誘導体に代表される低分子系と、ポリチオフェンなどの高分子系に大きく分けられる。低分子系の有機半導体分子は、蒸着による製膜が主流であるが、より簡便な塗布を用いて機能性薄膜が形成できれば、製造コストも抑えられ、工学的な意義は大きい。一方で、塗布乾燥過程での有機薄膜形成過程は不明な点が多く学術的な検討課題が多い。本研究では、塗布乾燥過程の表面温度/質量変化を動的計測した。成膜後の薄膜構造評価と比較することで、塗布乾燥過程における低分子系有機 EL デバイス作製の基礎的な概念を構築することを目的としている。

## 2. 方法

有機半導体分子として DNTPD(N,N'-Bis[4-(di-m-tolyl amino)phenyl]-N,N'-diphenyl-4,4'-biphenyldiamine)を用いた。DNTPD はホール輸送性の高い分子であり、ホール輸送層またはホール注入層として使用される。DNTPD をトルエンに適切な濃度で溶解させ、スピコートまたは滴下乾燥により製膜した。標準的な薄膜厚みは 0.5 ~ 1  $\mu\text{m}$  程度である。薄膜の構造評価は、ITO 基板上に塗布した DNTPD 膜の紫外可視吸収、蛍光、X 線回折測定によって行った。また、塗布乾燥過程において、重量、温度、レーザー照射による散乱光強度の動的測定を行った。電流電圧特性の測定には、パターン化した ITO 基板を用いた。

## 3. 結果と考察

Fig. 1a に DNTPD-トルエン溶液 (51 mg/mL) を ITO 基板上に滴下乾燥させた際の濃度/温度変化を示す。濃度は測定した重量から換算した。乾燥による濃度上昇とともに、蒸発潜熱による吸熱や膜への熱流入により温度変化が起こる。濃度と温度は、乾燥速度や有機分子の析出などに関係する、薄膜形成の重要なパラメータである。Fig. 1b は、Fig. 1a と同時に測定した乾燥過程での塗布膜の散乱光強度の経時変化である。100 sec あたりで散乱光強度の増加が観察された。室温での DNTPD のトルエンに対する溶解度が約 250 mg/mL であるので、この強度増加は固体の析出に起因すると考えられる。Fig. 2 は、製膜プロセスごとの吸収端波長の DNTPD 濃度依存性である。母液の濃度が高いほど、また、乾燥速度が速いほど吸収端波長が短く、バンドギャップ

が大きいことが分かる。これは膜中の DNTPD の配向性などが異なることにより、分子間相互作用が異なることに起因していると考えられる。

## 4. 結言

濃度や温度、散乱光強度の動的測定によって、製膜プロセス中の固体析出を定量的に評価できた。本手法により液中からの固体析出にとって重要な過飽和比を用いた評価も可能であると考えられる。また、製膜条件によって有機薄膜の重要な特性のひとつであるバンドギャップも制御できる可能性が示唆された。

発表では、様々な塗布条件で有機薄膜の構造形成を動的に観察し、成膜速度と薄膜の光学特性や電流電圧特性との相関について詳論する。

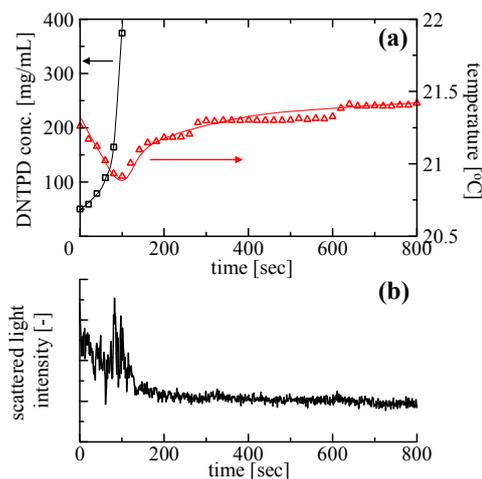


Fig. 1 DNTPD-トルエン溶液 (51 mg/mL) 滴下乾燥中における a) 濃度/温度変化、b) 散乱光強度変化

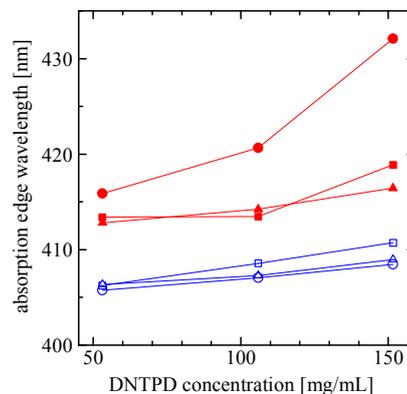


Fig. 2 製膜プロセスごとの吸収端波長の濃度依存性  
 ■滴下乾燥 10 $\mu\text{L}$  滴下、▲滴下乾燥 20 $\mu\text{L}$  滴下、●滴下乾燥 30 $\mu\text{L}$  滴下、□スピコート 500rpm、△スピコート 1000rpm、○スピコート 1500rpm

\* TEL: 03-5841-2324, FAX : 03-5841-7309  
 E-mail: koku@chemsys.t.u-tokyo.ac.jp