

平成25年度 山形大学工学部での研究活動

体 験 レ ポ ー ト

Alq₃ を用いた有機 EL 素子の作製とその解析

国際文理コース 2年 須 貝 大 輝

【機能高分子工学科 夫 研究室】



山形県立小国高等学校

Alq₃ を用いた有機 EL 素子の作製とその解析

山形県立小国高等学校 国際文理コース 2 年 須貝 大輝

1. 目的

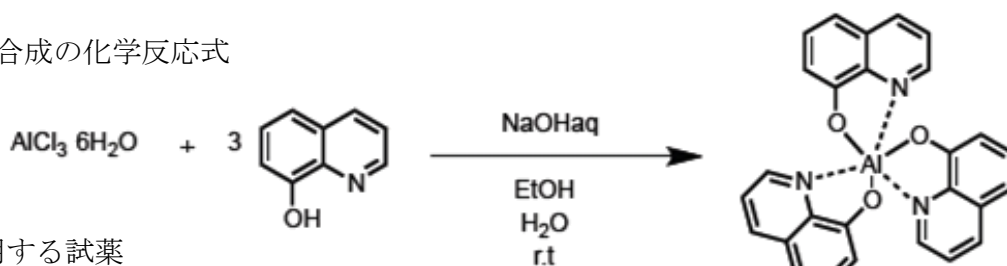
私は以前より有機 EL に興味があり、今回の活動を通し、有機 EL がどのように作られているのか、また現在どのような研究が行われているのかを学ぶ。夫先生のご指導のもと、Alq₃を用いた有機 EL 素子や有機薄膜太陽電池素子の作製・解析を体験する。

2. 実験内容

2.1. Alq₃ の合成

トリス(8-キノリレート)アルミニウム錯体 (tris(8-quinolinolato)aluminum, Alq₃) は、緑色の蛍光物質として古くからよく知られている。現在は、代表的な蛍光材料として有機 EL の研究分野において広く用いられている。

(1) Alq₃ 合成の化学反応式

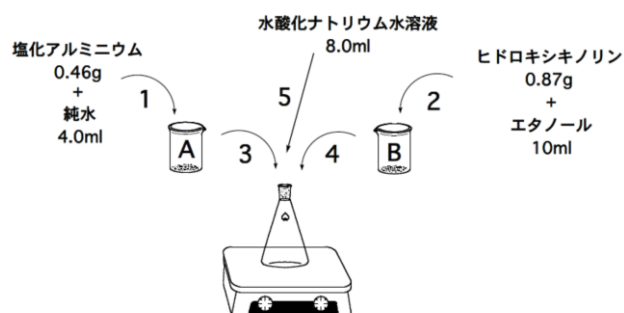


(2) 使用する試薬

試薬名	分子式	分子量
塩化アルミニウム	AlCl ₃ ·H ₂ O	241
ヒドロキシキノリン	C ₈ H ₇ NO	145
エタノール	CH ₃ CH ₂ OH	46
水酸化ナトリウム	NaOH	40
イオン交換水	H ₂ O	18

(3) 合成の手順

- ① 電子天秤を使用して塩化アルミニウム 0.46g を秤量しビーカーに入れる。次いでメスシリンダーを使用してイオン交換水 4.0mL をはかりとり、同じビーカーに入れ溶解させる。[A液]



- ② 電子天秤を使用してヒドロキシキノリン 0.87g を秤量し三角フラスコに入れる。次いでエタノール 10mL をメスシリンダーで量りとり、同じ三角フラスコに入れて溶解させる。〔B液〕
- ③ A液をパスツールピペットを用いて別の三角フラスコへ入れる。
- ④ B液をパスツールピペットを用いて③と同じ三角フラスコへ入れ攪拌を開始する。
- ⑤ しばらく攪拌した後、水酸化ナトリウム水溶液 8.0mL をパスツールピペットを用いてゆっくり滴下する。（水酸化ナトリウム水溶液は強アルカリ性なので取り扱いに十分注意する。）
- ⑥ 沈殿が生じるので、吸引濾過にて固体を回収し、イオン交換水を用いて洗浄する。
- ⑦ 得られた固体を減圧乾燥する。

(4) 結果

	AlCl ₃ ·H ₂ O	H ₂ O	C ₈ H ₇ NO	CH ₃ CH ₂ OH	NaOH 水溶液	得られた Alq ₃	100%収量
量	0.48g	4.0mL	0.87g	10mL	8.0mL	0.8743g	0.902g
分子量	241	18	145	46	40	451	451
物質 質量 (mmol)	2.0		6.00			1.94	※2.00

合成された Alq₃ の収率 ≒ 97%

([得られた Alq₃ 0.8743g] ÷ [100%収量 0.902g] ×100)

※物質質量について

塩化アルミニウム + ヒドロキシキノリン → Alq₃

1 : 3

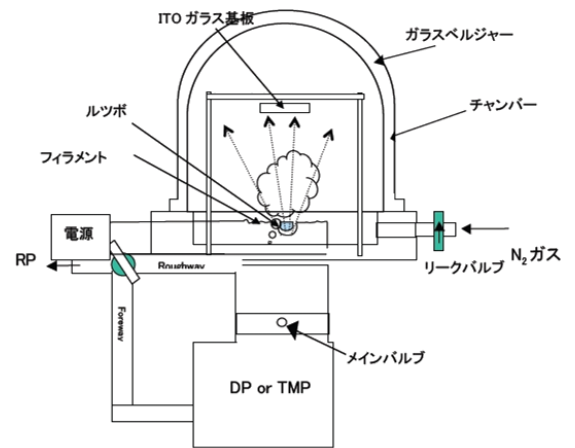
2.0mmol : 6.0mmol(2mmol×3) → 2.0mmol

2.2. 真空蒸着による有機 EL 素子の作製とその解析

(1) 真空蒸着について

真空蒸着では、ガラスチャンバー内を真空にすることで低沸点の材料でも蒸着させることができ、ゴミの影響も少なくできる。(蒸着開始真空度： 6×10^{-4})

真空蒸着のメリットとして、高効率である、作製した素子の寿命が長い、成膜が簡単、機能の分離がしやすいことなどがある。一方デメリットとして、蒸着のための装置が高価（1台 1000 万円～）、大面積の基盤への蒸着が難しい、材料効率が悪いことなどがある。



真空蒸着装置

(2) 素子の作製

① NPD/Alq₃素子の構造

ITO/NPD(40)/Alq₃(60)/LiF(1)/Al(80)

有機物の層 金属の層

NPD は+の電荷を送る層
Alq₃ は-の電荷を送り光る層

② 基盤の洗浄

ゴミなどの影響をなくすために、蒸着に使用する基盤を次の手順で洗浄する。

- ア 強塩酸超音波(10 分) → 油を落とす。
 - イ 水超音波 (10 分×2) → 塩酸を中和する。
 - ウ アセトン超音波(10 分)
 - エ IPA 超音波(10 分)
 - オ IPA 煮沸(5 分)
 - カ UV-ozons 処理(23 分)
- ゴミや有機物を落とす。
→ +の電荷を注入しやすくする。
疎水性を親水性にかえる。

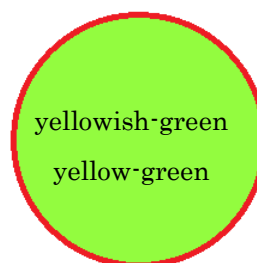
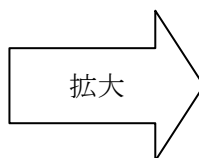
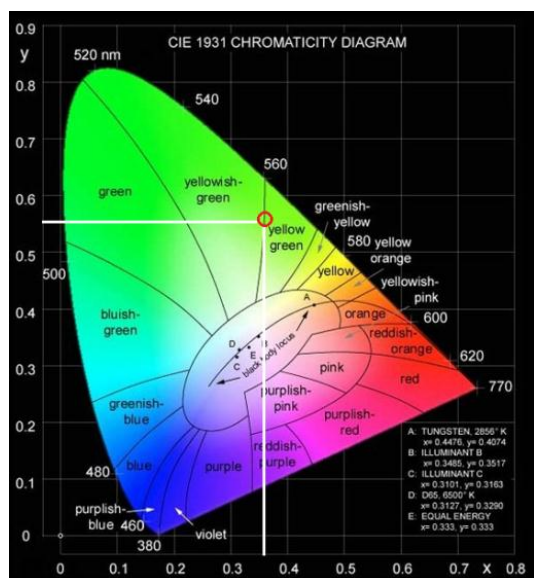
③ 真空蒸着により成膜

材料を順に成膜し層をつくる。(各材料の純度も 99%以上)

(3) 作製した素子の評価

- ① 発光開始電圧：2.6V
- ② 電流効率：最大 5.77cd/A (7.8V, 1.73cd/m²の時)
- ③ 視感効率：最大 4.37lm/W (2.6V, 3.28cd/m²の時)
- ④ 外部量子効率：最大 1.791% (7.8V, 1.73cd/m²の時)

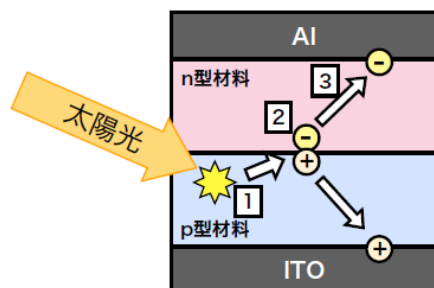
⑤ CIE色度 : (X , Y) = (0.35 , 0.56)



2.3. 高分子有機薄膜太陽電池素子の作製

(1) 有機薄膜太陽電池の原理

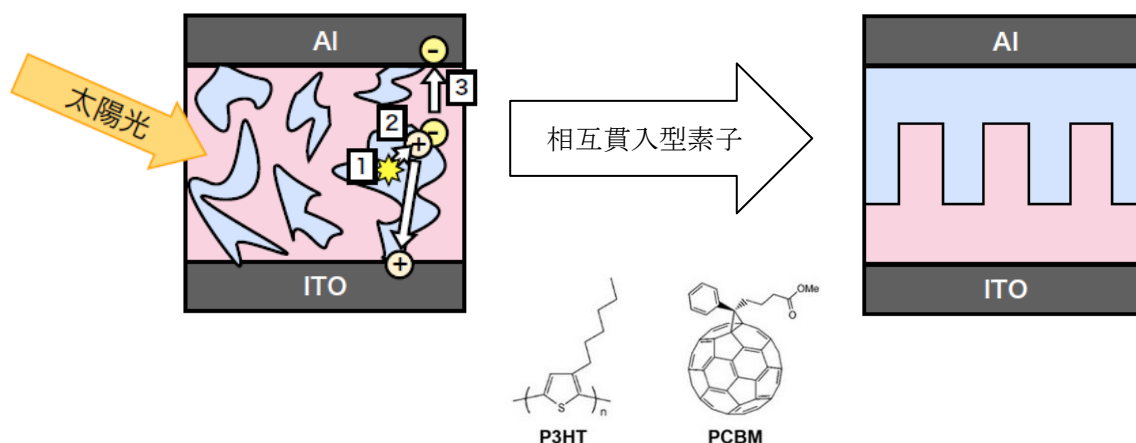
太陽電池素子の基本的な構造は p 型材料と n 型材料からなる活性層を陽極・陰極で挟んだもの。光はエネルギーを持っているため、活性層に光が当たると活性層内の分子が励起子（高いエネルギーを持った状態）になる。励起子は p 型材料と n 型材料の界面まで移動したあとに電荷分離し、電子とホールに分かれる。電子は陰極から、ホールは陽極から外部回路へと電流として取り出される。



- 1 光吸収・励起子生成
- 2 電荷分離
- 3 電荷輸送・外部回路へ…

(2) バルクヘテロジャンクション型素子

普通のヘテロ型素子に比べ、太陽光が当たった部分から界面までの距離が近く、かつ界面が大きいいため電荷を生成しやすいが、生成された場所から極までが遠い場合があり、生成された電荷を送りにくく電荷が極にたどり着けないことがある。このような欠点を克服するため、今回は分子の自己組織化を利用して製作した相互貫入型素子を利用する。



(3) 素子の作製

① 構造

ITO/PEDOT:PSS(30)/P3HT:PCBM/Ca/Al

② 基盤の洗浄 (2.2.(2)②の工程と同様)

③ PEDOT:PSS塗布成膜

④ 活性層 (P3HT:PC60BM) の成膜

ア P3HT:PC60BM を 2 : 1 の比で 40mg/1mL の濃度になるように調製した溶液を 40℃で 12 時間攪拌。

イ 基盤に 100μL 滴下し、スピコートする。

ウ シャーレの中で 30 分間放置する。(ソルベントアニール)

エ 150℃で 20 分間ベーク。

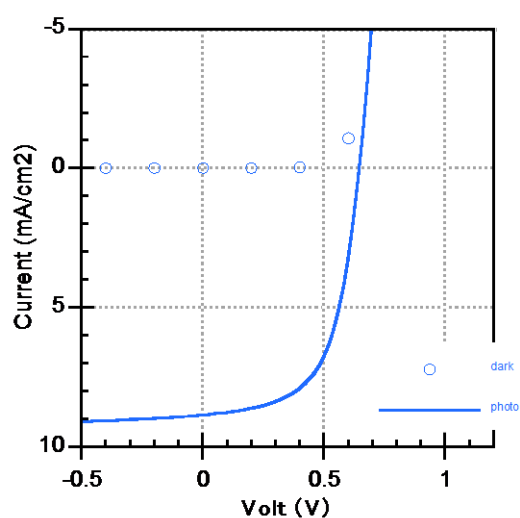
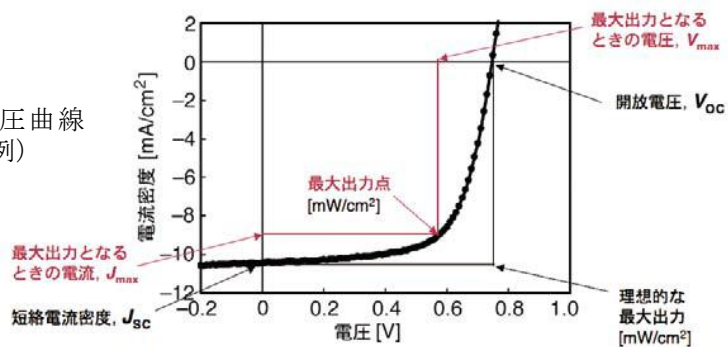
オ クロロホルムで不要な部分を拭き取る。

⑤ CaとAlを真空蒸着で製膜

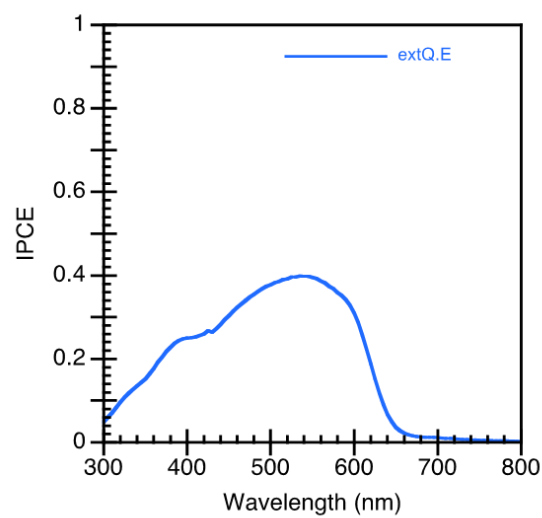
⑥ 素子の封止

(4) 作製した素子の評価

電流－電圧曲線の評価 (例)

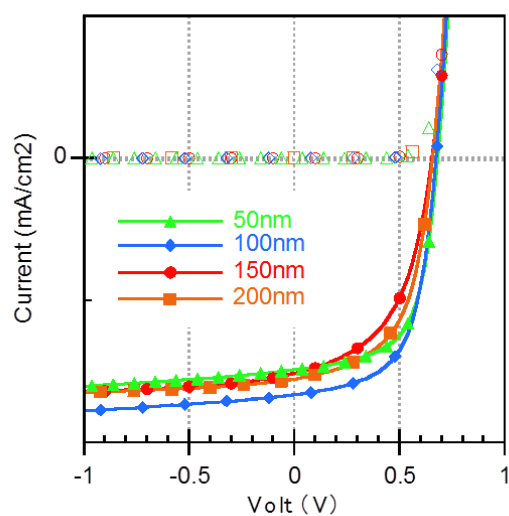


電流－電圧曲線 (今回作製した素子)

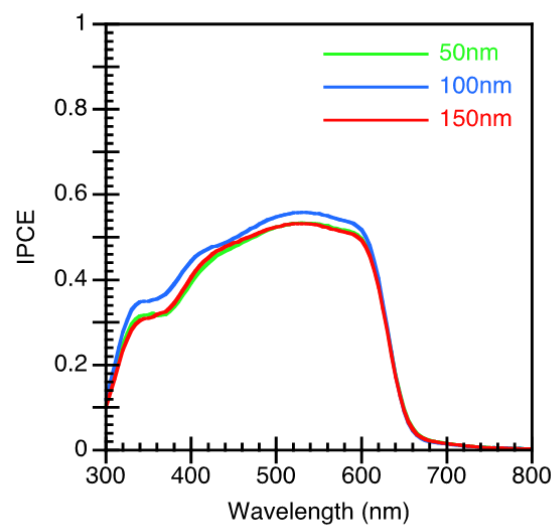


IPCE スペクトル (今回作製した素子)

	Jsc	Voc	fill factor	PCE	Rse	RSh	VpMax	IpMax	Current density @-1.0V	Current density @1.0V
	[mA/cm²]	[V]		[%]	[ohm]	[ohm]	[V]	[mA/cm²]	[mA/cm²]	[mA/cm²]
P3HT:PCBM	8.86	0.64	0.591	3.375	288	27600	0.48	7.03	9.26	-59.45



電流－電圧曲線 (例)



IPCE スペクトル (例)

3. 感想

今回のこの初めての研修で、最先端の研究に触れることで、多くのことを学び感じ刺激を受けることができました。

研究室の雰囲気はとても居心地がよく、所属の学生の皆さんは、各々がやるべき研究をしっかりと把握し成果を上げながら、それぞれの実験を楽しそうに行っており、尊敬すると同時に自分にとっての憧れの姿でした。学内の研究室の設備も見たことも聞いたこともないものばかりで圧倒されましたが、将来このような環境で研究をしてみたいと思いました。

列車の都合などでハプニングもありましたが、親切に教えていただきありがとうございました。この体験を励みにこれから頑張りたいと思います。

夫先生はじめ研究室の皆さん、5日間にわたるご指導ありがとうございました。