

塗布型発光性ポリマー内の新規不純物イオン量測定法

○大藪 範昭¹ 井上 勝² 末永 悠³ 石井 智也³ 久茂田 耀³ 内藤 裕義³

¹東陽テクニカ ワン・テクノロジーカンパニー, ²TOYOTech LLC

³大阪府立大学大学院 工学研究科 電子・数物系専攻

E-mail: oyabun@toyo.co.jp

TFT-LCD 材料の評価で知られる過渡電流測定で発光性ポリマーの一つである Super Yellow に含まれる不純物イオンの定量化に成功した。溶剤として Xylene を用い、絶縁膜をコーティングした ITO 付きガラス基板で作製したテストセルに溶液を注入し三角波電圧印加による過渡電流を測定した。過渡電流中に現れる、溶液中を移動する不純物イオンに起因する電流ピークの面積から不純物イオン量の定量化を行った。

<緒言>

TFT-LCD パネルで発生する焼き付き、フリッカー、表示ムラの原因の一つとして、液晶中に含まれる不純物イオンの振る舞いが影響することが知られている[1][2]。この不純物イオンを測定、定量化するために、主に TFT 素子の無い ITO 付きガラス基板、配向膜、シール材、液晶で構成されるテストセルを作製し、そのセルに三角波電圧を印加することによって得られる過渡電流の電流ピークの面積からセル内の電極間を移動する不純物イオンの量を検出することができる[3]。また、過渡電流による測定法は、液晶中を物理的に移動するイオンを検出するので、無機イオンのみならず、有機イオンの検出が可能である[4]。

一方、有機 EL に用いられる材料の評価においても、液晶などの電子デバイスに影響があることが明らかになっている不純物イオンの定量化が待たれていた。しかし、過渡電流による不純物イオンの検出には、電極と測定する材料の間に絶縁膜が必要[5]であるため、有機 EL 材料による直接測定は提案されることはなかった。

今回、我々は新たな測定法として、有機 EL の発光層に用いられる材料の溶液を、絶縁膜をコーティングした ITO 付きガラス基板で作製したセルに注入し、三角波電圧印加による過渡電流の電流変化から、溶液中を移動する不純物イオンの定量化に成功したので報告する。

<実験>

発光性ポリマーの一つである Super Yellow (Sigma Aldrich 社製、図 1) と、溶剤として Xylene を用いた。Super Yellow の 0.1wt% Xylene 溶液をテストセルに毛細管現象で注入した。テストセルは、無機の絶縁膜をコーティングした ITO 付きガラス基板 2 枚、シール材から構成されており、スペーサで制御されたセルギャップは $4\mu\text{m}$ である。また、ITO 電極の面積は 1cm^2 である。

図 2 に測定等価回路を示す。印加電圧 $\pm 10\text{V}$ 、周波数 1Hz 、 0.1Hz 、 0.01Hz の三角波をテストセルに印加し、流れる微小電流を電圧電流変換器、電圧計を用いて測定した。横軸に印加電圧、縦軸に測定電流でプロットすると、溶液中に移

動するイオンが無い場合、印加電圧に応答する、ある傾きを持った平行する 2 本の直線の電流波形が得られる。傾きと二線の幅から溶液の抵抗と、誘電率を反映した容量の値がそれぞれ得られる。溶液中を移動するイオンが存在する場合、電流にピークが現れる。このピークを抽出しその面積を計算することにより、測定した周波数の条件下で移動したイオンの量を電荷量[C]で得ることができる。尚、電流ピークの面積から得られるイオン量と、ピーク外の傾きから得られる抵抗は、溶液中のイオン伝導と電子伝導を独立して検出する新しい測定法である。

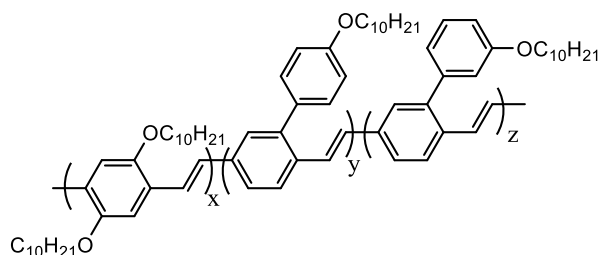


図 1 Super Yellow の化学構造

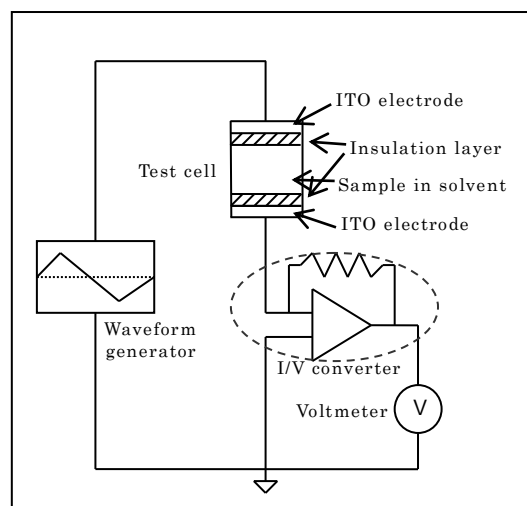


図 2 測定等価回路

<結果・考察>

図 3 に 0.01Hz の三角波電圧で測定した時の Super Yellow の $0.1\text{wt}\%$ Xylene 溶液 (SY

0.1wt% in Xylene)および Xylene のみ (Xylene only) の電圧電流特性を示す。図 4 は、図 3 の正の電流値部の拡大図である。印加電圧の極性が変わった直後に電流ピークが発生していることが分かる。図 4 中で示した溶液の抵抗および容量に相応する直線でフィッティングを行い、ピークの電荷量を抽出すると、Xylene only: 137pC、SY 0.1wt% in Xylene: 238pC と約 100pC の差があった。この結果から Xylene のみにも不純物イオンが存在していること、Super Yellow に起因する不純物イオンが溶液中で移動していることがそれぞれの測定結果の差から確認できる。傾きの違いから、Super yellow により電子伝導の増加を示す抵抗値の低下も確認することができた。

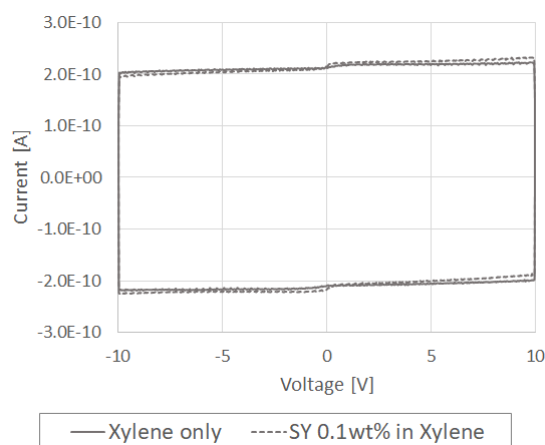


図 3 Xylene のみ(Xylene only)および Super Yellow の 0.1 wt% Xylene 溶液 (SY 0.1wt% in Xylene) の電圧電流特性

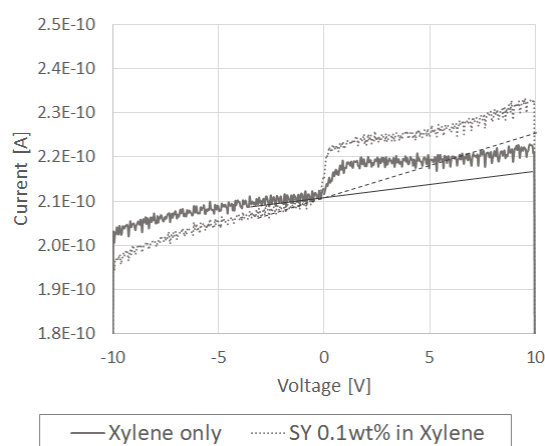


図 4 図 3 の正の電流値部の拡大図。直線は溶液の抵抗および容量を用いたフィッティング直線。

図 5 に不純物イオンの周波数依存性の結果を示す。1Hz では、Xylene only と SY 0.1wt% in Xylene では、検出される不純物イオンの量に差は小さいが、低周波になるほど大きな差になることが分かる。これは、Super Yellow に含まれる不純物イオンの多くが、早い周波数の測定では Xylene 中で絶縁膜界面に到達していない

ことを示唆する。溶剤の粘度の選択、周波数の設定を適切に行うことで、不純物イオンの大きさに関する知見が得られる可能性を示している。

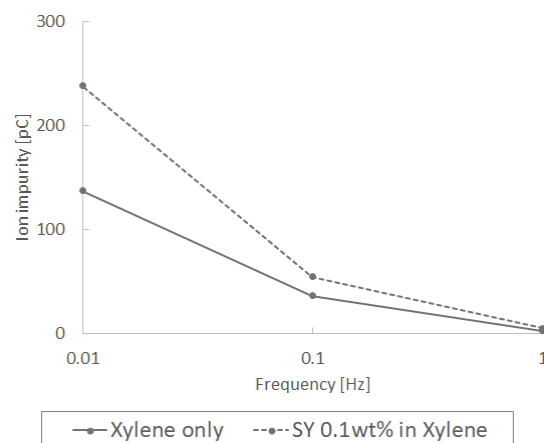


図 5 不純物イオンの周波数依存性

<まとめ>

過渡電流測定法により、発光性ポリマー材料の一つである Super Yellow に含まれる不純物イオンの定量化に成功した。測定する材料を溶液とし、テストセルに注入し適切な周波数で測定を行えば、材料に起因する不純物イオンを検出できることを示した。

本測定法は、材料に含まれる不純物イオンを定量化することが可能であるので、新たな材料選定のスクリーニングや、材料の品質管理の指標への応用が期待できる。

文 献

- [1] M. Inoue, Proc. IDW'08, **15**, 47 (2008).
- [2] M. Kwak *et al.*, Proc. IDW'10, **17**, 553 (2010).
- [3] 井上、中野渡, 第 21 回液晶討論会, 3B19 (1995).
- [4] M. Inoue *et al.*, Mol. Cryst. Liq. Cryst., **510** 312 (2009).
- [5] 井上勝, 山口東京理科大学博士論文, (2010).