

C-14

スピコート法を用いた正孔輸送層の成膜条件最適
 Film condition optimization in hole transportation layer by spin coating

○多田 裕介¹, 中條 妃奈², 岩田 展幸³, 山本 寛³
 Yusuke Tada¹, Hina tyuzyou², Nobuyuki Iwata³, Hiroshi Yamamoto³

Abstract: In recent years, OLED attracts attention as a next generation type display. The hole pouring layer inserted between a luminescence layer and the anode improve luminous efficiency. The purpose of research is tracing of the most suitable a condition of form a film. As a result, IPA is added in PEDOT/PSS at 10wt% for the improvement in hydrophilic, solution is filtered twice, a spin coat is carried out at 4000 rpm, is the most suitable a condition of form a film.

1. はじめに

現在, テレビやパソコン等のディスプレイの多くは液晶ディスプレイ(Liquid Crystal Display:LCD)が使用されているが, LCDは視野角が狭いことや応答速度が遅い等の欠点がある. そこで近年, 有機 EL ディスプレイ (Organic Electroluminescence Display: OLED)の開発が進んでおり, 携帯電話などへの実用化も始まっている. OLED の応答速度は LCDに比べて3桁ほど早く, 視野角も 180°ととても広いことが特徴である. OLED の構造を fig.1 に示す. OLED は基板の上に電極で有機物の薄膜を挟んだ構造をしている. それぞれの薄膜の厚さは数 nm から数百 nm 程度であり, 素子全体の厚さは 1μm 以下である. 有機層に注入された電子と正孔が結合する事により発光する⁽¹⁾.

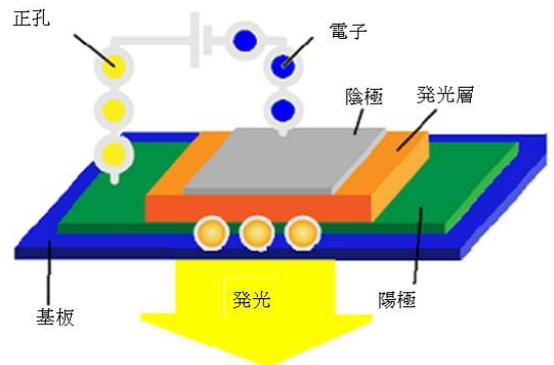


Figure.1 The luminescence principle of OLED

本研究では OLED の発光効率向上のため, 発光層と陽極の間に正孔注入層を挿入することを考えた. 正孔注入層に低電圧で電流を流すために膜厚を薄くする必要がある. また成膜した際にピンホールが発生しないよう, 膜厚を一定にする必要がある. 本実験では成膜する際に膜厚が一定となる成膜条件の最適化を行った.

2. 方法

本実験で作成した素子の素子の構造を fig.2 に示す. ペーパーカッターで 25×25mm²にカットした PET/ITO(Polyethylene Terephthalate/Indium Tin Oxide)基板(膜厚 1500 Å, シート抵抗 250Ω/sq, 東洋紡株式会社製)をアセトンとエタノールによる超音波洗浄を行い, UV オゾンクリーナー

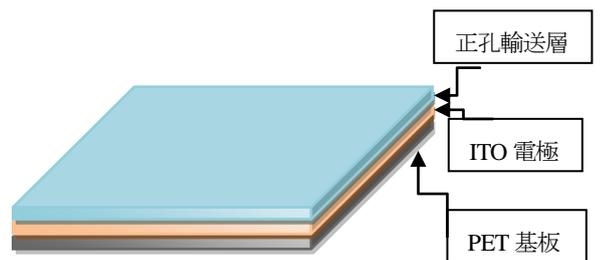


Figure.2 The construction drawing of the produced a device by PEDOT/PSS on ITO

(ProCleanerTM110, BIOFORCE NANOSCIENCES 社製)によって 20min 間オゾン処理を行った. 正孔輸送層としてポリエチレンジオキシチオフェン/ポリスチレンスルホン酸(poly(3,4-ethylenedioxythiophene)/poly(4-styrenesulfonate) :

PEDOT/PSS(Baytron(Clevios)P AI 4083)を使用した. PEDOT/PSS は粘度が高いため, IPA(関東化学株式会社, Lot#108N1015, (CH₃)₂CHOH)を 10wt%添加することで希釈を行った⁽²⁾. また, PEDOT/PSS をフィルターユニット(フィルター材質: 親水性 PVDF,孔径 0.45μm, Millipore 社製)とシリンジを用いてろ過した.ろ過することで溶液に残留している固形物を除去するとともにコロイド粒子の粒径をそろえた.ろ過回数を 0~3 回とし, 最適化を行った. 基板を PC のファンの中心に両面テープで固定した後, 基板に PEDOT/PSS を 30μl 滴下し, スピコートで 30s 間成膜を行った. その後, 120°Cで 15min 間アニール処理を行った. スピコートの際の回転数を 1000~4000rpm とした.

1 : 日大理工・院・電子 2 : 日大理工・院・電子 3 : 日大理工・教員・子情

3. 結果・考察

成膜した素子表面の光学顕微鏡像を fig.3 に示す。肉眼では確認できない凝集体の存在が明らかになった。凝集体があると膜厚に斑が出来てしまう。凝集体を除去するために PEDOT/PSS 溶液をろ過し、成膜した。光学顕微鏡像を撮った基板上的のポイントを fig.4 に示す。観察した光学顕微鏡像より、式(1)を用いて基板と凝集体の面積比を算出した。その結果を fig.5 に示す。fig.5 からろ過回数 2 回で凝集体の減少率は飽和しているため、ろ過は 2 回で十分であると考えた。



figure.3 PEDOT/PSS formed as a film picture by optical microscope

スピコート回転数の最適化を行った結果を fig.6 に示す。IPA の添加率を 10wt%，ろ過回数を 2 回として成膜を行った。成膜する回転数を 1000~4000rpm, 1000rpm ごととして成膜を行った。成膜した薄膜表面のデジタルカメラによる観察結果を fig.5 に示す。1000, 2000rpm では基板全体の色の濃淡が大きく、目視で確認できるほどの PEDOT/PSS の斑があった。3000rpm では基板の四隅の色が他よりも濃いことから、この箇所における斑が厚いと考えた。4000rpm では色の濃淡がないことから、他の回転数で成膜したものに比べ、斑が確少ないと考える。これらの結果から 4000rpm が最適であると考えた。

以上の結果から正孔注入層の溶液は IPA(10wt%) で希釈し、ろ過回数を 2 回行うことが最適である。また、回転数 4000rpm で成膜すると他の回転数に比べ、斑のない成膜ができる。

1	2	3	4	5
6	7	8	9	10
11	12	13	14	15
16	17	18	19	20
21	22	23	24	25

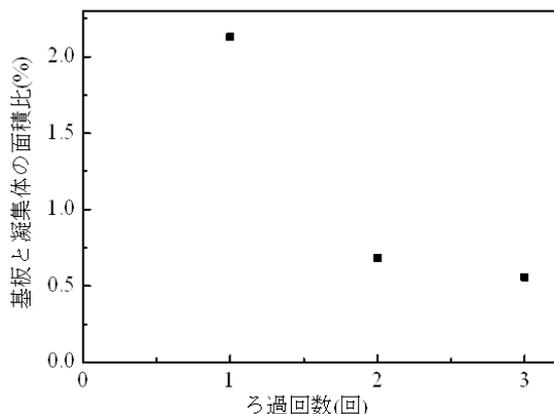


Figure.5 change of the pace of decrease of the 1 condensation object by the number of times of filtration

Figure4.The measurement part of an optical microscope picture

$$\text{凝固物の面積比}[\%] = \frac{\text{凝固物を有するマスの面積}[\mu\text{m}^2]}{\text{光学顕微鏡画像全体の面積}[\mu\text{m}^2]} \times 100 \quad (1)$$

4. まとめ

OLED の発光効率を上げるため、正孔輸送層を挿入する。正孔輸送層として PEDOT/PSS を使用し、膜厚が一定となるような成膜条件を探索した。その結果、IPA を 10wt% 添加することで親水性を高め、ろ過を 2 回行うことで凝集体の軽減が確認された。また、成膜する際は 4000rpm で成膜すると斑がなく、膜厚の均一な薄膜が成膜された。

5. 参考文献

- (1) 城戸淳二、有機 EL のすべて、2003 年、12-91、156-190
- (2) K. Book, H. Bassler, A. Elschner, S. Kirchmeyer, Hole injection from ITO/PEDT anode into the hole transporting layer of an OLED probed by bias-induced absorption(2003), 2-4

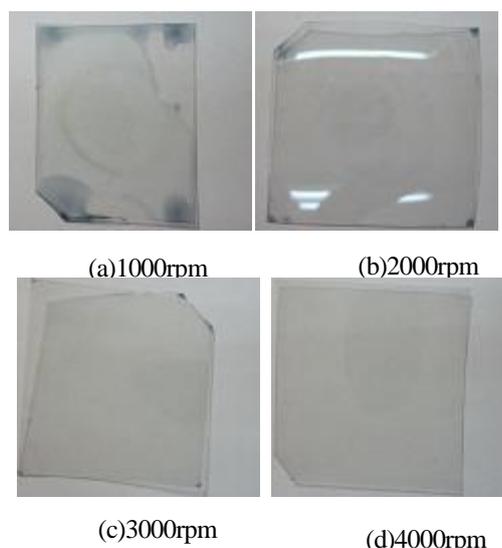


Figure6 Change of the PEDOT/PSS film forming nature at number of rotations