

イメージング質量分析法を用いた有機 EL 素子の劣化反応機構の解明

Elucidation of Degradation Reaction Mechanism of OLED

By Imaging Mass Spectrometry

北陸先端大 先端科学技術¹・ナノセンター², 静岡大院 総合科学技術³

○重松沙樹¹, 宮里朗夫², 宮林恵子³, 酒井平祐¹, 村田英幸¹

JAIST Grad. School of Adv. Sci. and Tech.¹ & Nanocenter², Shizuoka Univ.³,

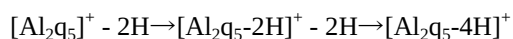
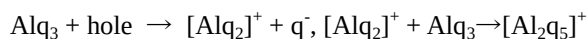
○Saki Shigematsu¹, Akio Miyazato², Keiko Miyabayashi³, Heisuke Sakai¹, Hideyuki Murata¹

E-mail: murata-h@jaist.ac.jp

【はじめに】駆動劣化させた有機 EL 素子中で生じた劣化生成物を各種の質量分析法で検出することで劣化反応を特定する試みが数多く報告されている¹⁾。しかし、C. W. Tang と S. A. VanSlyke によって Tris(8-hydroxyquinolino)aluminium (Alq₃)を発光層に用いた OLED²⁾が 1987 年に報告されてから 30 年以上が経過した現在でもこの OLED の劣化反応の全容は明らかになっていない。本研究では、劣化前後の有機 EL 素子のフーリエ変換イオンサイクロトロン共鳴イメージング質量分析 (FT-ICR-IMS)を初めて測定した。その結果、素子面内の劣化状況を反映して、測定領域で異なった劣化生成物を検出することに成功した。さらに劣化程度の異なる領域で検出された劣化生成物の精密質量を用いて、その化学構造を決定し劣化反応機構を明らかにしたので報告する。

【実験方法】有機 EL 素子の構造は Glass/ITO/ MoO₃ (0.75 nm)/ α -NPD (90 nm)/ Alq₃ (70 nm)/ LiF (1 nm)/ Al (100 nm)である。各層は真空蒸着法により製膜し、発光部の面積は 2 mm×2 mm である。作製した未封止の素子を窒素雰囲気下で密閉容器内にセットし、電流密度 250 mA/cm²、室温 (25°C) で素子を発光させ、素子中心部の輝度が輝度計で検出できなくなるまで駆動した。IMS 測定は、イオン化法として LDI 法を装着した FT-ICR-MS 装置 (Solarix, Bruker Daltonics 社) を用いて行った。

【結果と考察】劣化前後の OLED の発光状態と FT-ICR-IMS の結果を比較した。その結果、劣化した素子の発光分布は、 m/z 772.17099 及び m/z 770.15483 の IMS 測定結果と一致した(Fig.1)。これらの m/z を解析ソフトウェア(Data Analysis 4.2)を用いて解析した結果、 m/z 772.17099 に対応する分子式として C₄₅H₂₈Al₂N₅O₅が Error < 0.76 ppm の確度で、 m/z 770.15483 に対応する分子式として C₄₅H₂₆Al₂N₅O₅が Error < 1.4 ppm の確度で示唆された。我々は、この二つの分子式に対応する化学構造として、それぞれ [Al₂q₅]⁺ (C₄₅H₃₀Al₂N₅O₅)³⁾から 2 つと 4 つの水素が脱離後に架橋した [Al₂q₅-2H]⁺ 及び [Al₂q₅-4H]⁺ に帰属した。以上の結果から、OLED の駆動による輝度劣化は固体中で次の逐次反応によって進行すると結論づけた。



q: 8-quinolinolate

【参考文献】

- 1) S. Scholz et al., *Chem.Rev.* **115**, 8449-8503 (2015).
- 2) C. W. Tang et al., *Appl. Phys. Lett.* **51**, 913-945(1987).
- 3) S. Scholz et al., *Org. Electron.* **8**, 709-717 (2007).

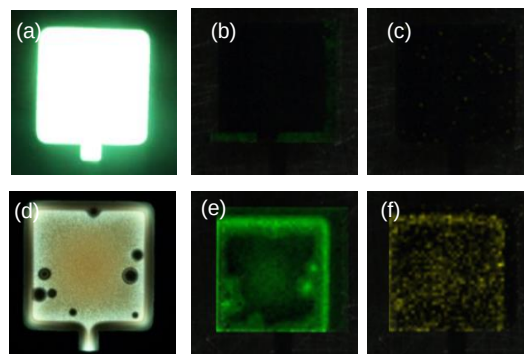


Figure 1. Photographs of (a) pristine and (d) degraded OLEDs. LDI-FT-ICR-IMSs of pristine OLED; (b) m/z 772.17099, (c) m/z 770.15483. LDI-FT-ICR-IMSs of degraded OLED; (e) m/z 772.17099, (f) m/z 770.15483.