

## 水中での紫外線照射型ゾルゲル法による有機無機ハイブリッド薄膜の相溶性と反応速度の改善

### Improvement of compatibility and reaction speed of organic-inorganic hybrid thin films by ultraviolet-curable so-gel method in the water

同志社大学理工学部光デバイス研究室 ○(M1)大木康平、實井祐介、大谷直毅、  
Doshisha Univ, Department of Electronics, ○Kouhei Ooki, Yusuke Jitsui, Naoki Ohtani  
E-mail: ctwc0352@mail4.doshisha.ac.jp

近年、ゾルゲル法を用いて  $\text{SiO}_2$  の封止効果により酸化を防ぐことのできる発光材料を含む有機無機ハイブリッド薄膜が作製され、OLEDs の発光層に導入されている。本研究では、Perhydropolysilazane(PHPS)をゾルゲル出発材料とした積層型有機無機発光ダイオードの作製に成功したが、 $\text{SiO}_2$  への転化条件に3時間もの長時間の熱処理が必要であり、転化後の発光層が  $\text{SiO}_2$  の層に有機材料の層が挟まれたサンドイッチ構造になるという問題が残った[1]。

本研究では、この素子作製時間と  $\text{SiO}_2$  と有機材料との相溶性の問題を解決する方法として、試料をすべて水に不溶性をもつものを用い塗布法による成膜後、水中に試料を浸した状態で紫外線を照射することで加水分解を促進させるとともに、光エネルギーにより薄膜を硬化させることで素子作製時間を短縮することができると考え研究を行った。なお、有機発光材料には poly(9,9-dioctyl-fluorene-co-N-4-butylphenyl-diphenylamine) (TFB)を用いている。

紫外線照射によるゾルゲル反応進行度を FT-IR スペクトルの時間依存性から評価した。結果を図1に示す。およそ3分程度で  $1100\text{-}1000\text{cm}^{-1}$  付近にシロキサン結合による吸収が観測され、PHPS がもつ  $2400\text{-}2300\text{cm}^{-1}$  付近の Si-H 結合と  $900\text{-}800\text{cm}^{-1}$  付近の Si-N 結合による吸収が消滅した。この結果から紫外線照射3分程度で PHPS の加水分解が進行したと判断した。すなわち、ゾルゲル反応時間の大幅な短縮を可能とした。

透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて素子の断面を観測した結果を図2に示す。紫外線により作製した素子は図のように  $\text{SiO}_2$  と有機材料がマーブル状に分散していることが確認できた。

これらの結果から、水中で紫外線照射をすることで加水分解を3分程度にでき有機材料と無機材料が層になって分離しないということを観測できた[2]。

[1] Y. Jitsui and N. Ohtani, *Nanoscale Res. Lett.* 9, 2358 (2012).

[2] K. Ooki and N. Ohtani, 2018 KJF Int. Conf. on Organic Materials for Electronics and Photonics (KJF-ICOMEPEP 2018), accepted (Sep. 2018).

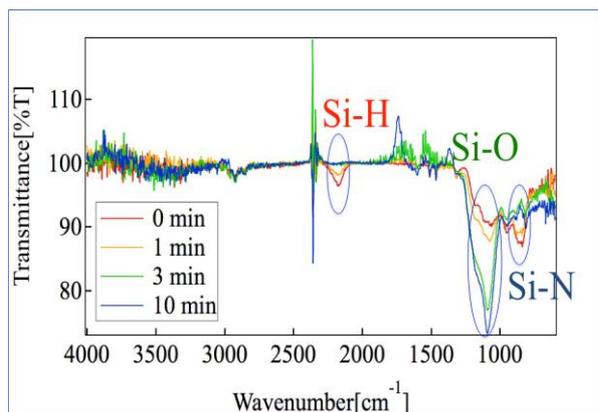


Fig. 1 Sol-gel reaction time dependence of FT-IR spectra irradiation

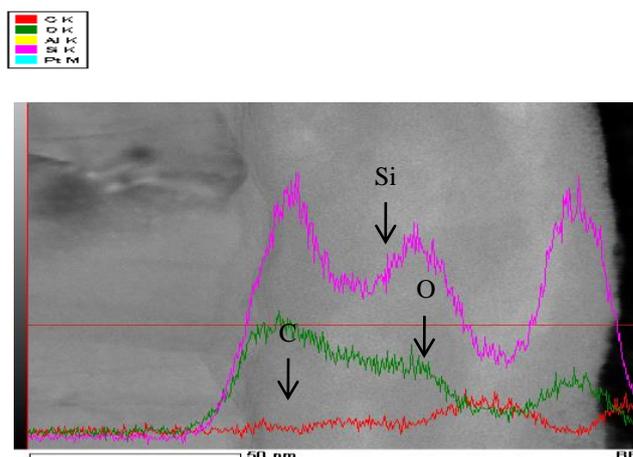


Fig. 2 Elemental analysis of thin films by UV irradiation