

課題番号 : F-21-KT-0046
利用形態 : 装置利用
利用課題名(日本語) : 固体発光性ジイミンホウ素錯体ホモポリマーの薄膜構造解析
Program Title (English) : Structural Analysis of Solid-emissive Boron Diiminate Homopolymer
利用者名(日本語) : 伊藤峻一郎、田中一生
Username (English) : Shunichiro Ito, Kazuo Tanaka
所属名(日本語) : 京都大学大学院工学研究科高分子化学専攻
Affiliation (English) : Department of Polymer Chemistry, Graduate School of Engineering, Kyoto University
キーワード/Keyword : 分析、化学&分子テクノロジー、共役系高分子、高分子薄膜

1. 概要(Summary)

ジイミンホウ素錯体はアモルファス状態と結晶状態で、発光色及び発光効率が異なることが報告されている。また、spin-coat 法を用いて作製したジイミンホウ素錯体ホモポリマーの薄膜の発光効率が、薄膜の調製条件によって大きく変化することが明らかとなった。本研究では、ポリマーの発光挙動の変化の要因を解明するため、薄膜の高次構造や膜厚を評価することに取り組んだ。

2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】

X 線回折装置(リガク・全自動水平型多目的X線回折装置・SmartLab)、触針式段差計(Dektak150)

【実験方法】

使用する石英基板は、高分子薄膜の成膜前に以下の手順で表面処理を施した。

(i) 純粋水・アセトン・イソプロパノールでそれぞれ 10 分間超音波洗浄したのち、 $\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{SO}_4$ (1/3, v/v) 溶液に 2 時間浸漬した。その後、純水・アセトン・イソプロパノールでそれぞれ 10 分間超音波洗浄した。

(ii, iii) (i)の基板を UV/O_3 処理装置にて 1 時間処理した。その後速やかに(ii) n-オクタデシルトリクロロシラン、(iii) フェニルトリクロロシランのトルエン溶液(0.1 M)に 15 時間浸漬した。その後、トルエン・イソプロパノールでそれぞれ 10 分間超音波洗浄した。

高分子のクロロホルム溶液(10 mg mL⁻¹)を調整し、(i),(ii),(iii)それぞれの処理を施した石英基板上にスピコート法(100 μL ; 1000 rpm \times 60 sec)を用いて高分子薄膜を製膜した。

X 線回折測定は、 $\theta/2\theta$ スキャンの out-of-plane 測定とともに、微小角入射(grazing-incident; GI-)X 線回折測

定による、out-of-plane ならびに in-plane 掃引測定を行った。

また、薄膜を剃刀で部分的に剥離し、触針式段差計によって膜厚を評価した。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

いずれの薄膜についても、out-of-plane 回折,GI-out-of-plane 回折及びGI-in-plane 回折の3種類全ての測定において、明確な差異は認められなかった。

一方、膜厚は 100 nm ~ 300 nm の中でばらついており、より厚い膜で発光量子収率が低減するという相関関係が明らかとなった。これは、厚膜では光学濃度が大きくなるため、内部遮蔽効果(自己吸収)によって発光が取り出されにくくなったためであると考えられる。

4. その他・特記事項(Others)

【今後の課題】

製膜条件及びアニーリング条件を検討することで、より大きな周期構造の構築を目指すとともに、階層構造制御による刺激応答性発光高分子の設計指針の確立を志向する。

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

なし

6. 関連特許(Patent)

なし。