

「高分子有機 EL 発光材料開発プロジェクト」
事後評価報告書

平成 18 年 9 月

独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構
研究評価委員会

平成18年9月

独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構
理事長 牧野 力 殿

独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構
研究評価委員会 委員長 曾我 直弘

NEDO技術委員・技術委員会等規程第31条の規定に基づき、別添のとおり
評価結果について報告します。

目 次

はじめに	1
分科会委員名簿	2
審議経過	3
評価概要	4
研究評価委員会におけるコメント	7
研究評価委員会委員名簿	8
第1章 評 価	
1. プロジェクト全体に関する評価結果	1-1
1. 1 総論	
1. 2 各論	
2. 個別テーマに関する評価結果	1-17
2. 1 高性能高分子発光材料創成技術の開発	
2. 2 有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの 最適成形加工技術の開発	
3. 評点結果	1-27
第2章 評価対象プロジェクト	
1. 事業原簿	2-1
2. 分科会における説明資料	2-2
参考資料 1 評価の実施方法	参考資料 1-1
参考資料 2 評価に係る実施者意見	参考資料 2-1

はじめに

独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構においては、被評価プロジェクト毎に当該技術の外部の専門家、有識者等によって構成される研究評価分科会を研究評価委員会によって設置し、同分科会にて被評価対象プロジェクトの研究評価を行い、評価報告書案を策定の上、研究評価委員会において確定している。

本書は、「高分子有機 EL 発光材料開発プロジェクト」の事後評価報告書であり、第 6 回研究評価委員会において設置された「高分子有機 EL 発光材料開発プロジェクト」（事後評価）研究評価分科会において評価報告書案を策定し、第 10 回研究評価委員会（平成 18 年 9 月 26 日）に諮り、確定されたものである。

平成 18 年 9 月
独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構
研究評価委員会

「高分子有機EL発光材料開発プロジェクト」

事後評価分科会委員名簿

(平成18年5月現在)

	氏名	所属
分科会 会長	よしの かつみ 吉野 勝美	大阪大学 名誉教授
分科会 会長代理	やせ きよし 八瀬 清志	独立行政法人産業技術総合研究所 光技術研究部門 副部門長
分科会 委員	あだち ちはや 安達 千波矢	九州大学 未来化学創造センター 教授
	いばらき のぶき 茨木 伸樹	東芝松下ディスプレイテクノロジー株式会社 執行役員、技監
	おたに たくや 小谷 卓也	日経BP社 日経エレクトロニクス編集 記者
	こうでん みつひろ 向殿 充浩	シャープ株式会社 ディ스플레이技術開発本部 有機ELプロジェクトチーム チーフ
すずき ひろゆき 鈴木 博之	日本電信電話株式会社 NTTフォトンクス研究所 グループリーダー	

敬称略、五十音順

審議経過

- 第1回 分科会（平成18年5月22日）
 - 公開セッション
 - 1. 開会、資料の確認
 - 2. 分科会の公開について
 - 3. 評価の実施方法について
 - 4. 評価報告書の構成について
 - 5. プロジェクトの概要説明
 - 6. プロジェクトの個別テーマの詳細説明
 - (1) 高性能高分子有機EL発光材料創成技術の開発
 - (2) 有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発
 - 非公開セッション
 - (3) プロジェクトの詳細
 - 7. 今後の予定、その他
 - 8. 閉会

- 第10回 研究評価委員会（平成18年9月26日）

評価概要

1. 総論

1) 総合評価

フラットパネルディスプレイの一つとして大きく期待される高分子有機 EL では、高発光効率、長寿命等の性能を有する高分子発光材料の開発が最重要課題である。本プロジェクトでは、今後の基本材料として有望な実用材料の開発において当初目標を超えるとともに、その特長を活かせる最適成形加工技術の開発にも成功しており、これらの成果は、今後の国内メーカーの国際競争力や有機 EL 事業の発展という観点から高く評価できる。

ただし、本プロジェクトの開始から3年が経過した現時点で、他の有機 EL 発光材料や液晶・プラズマ等の他のディスプレイも大きな進展を見せているという現状を踏まえると、プロジェクト発足当初の目標設定や、実用化の時期における商品像を見据えた最終目標の設定・見直しが十分になされてきたとは言い難い点もあり、実デバイスにおける要求性能に照らせば成果には若干疑問が残る点もある。また、高分子材料特有の興味深い現象が多々観測されているので、それらのメカニズムに関する検証実験や議論をさらに進めてほしい。

今後は、当開発にこれまであまり関与していないパネルメーカーとの連携を密にしてニーズ側の要求も考慮し、開発成果の分析・評価等における客観性や論理性を高める努力が必要である。有機 EL に関する研究開発は日本がいち早く製品化に成功しているものの、昨今では小型ディスプレイ市場において韓国・台湾に先行を許している。こうした状況に鑑み、根幹材料としての発光材料の世界展開における日本技術の底上げを期待すると同時に、本プロジェクトの成果が日本の競争力強化に生かされるかどうかを継続的に調査することが必要である。

2) 今後に対する提言

高分子有機 EL 材料は高効率化と長寿命化における発展性があると見込まれるので、パネル化のための製造技術や周辺材料技術を含め、更なる研究開発、実用化研究が必要である。その際、フラットパネルメーカーと密接な連携を保ちながら、応用ターゲットを明確にして実デバイスの要求性能を満足できる開発を進めるなど、アジア諸国の研究機関に対抗していく組織作りが必要である。

有機 EL 材料の開発はディスプレイへの応用だけでなく、そこから生み出される知見が今後の産業として期待される有機エレクトロニクスの基礎として応用できる可能性もあることから、引き続き国の支援を含む積極的な実用化の推進が求められる。

2. 各論

1) 事業の位置付け・必要性について

新しい電子デバイスの本命として大きな期待が寄せられている高分子有機 EL は、材料特有の不安定性や新プロセスの開発などの未開拓の新しい科学技術が必要とさ

れているが、今までは欧米に技術先行され、パネルメーカーの開発が欧米材料メーカーの開発スピードに制約されるネック状況であった。本プロジェクトにより、国産技術を育成し、国際競争力を高めるレベルに近づいたことの意義は大きい。また、発光材料そのものの全世界における総需要量はそう多くはないので、一企業が自己資本のみで十分に高いレベルのものにするには少し難しい面もある。従って、これを NEDO 事業として支援したことは適切であったと判断される。

今後は、デバイスメーカーと十分に連携してニーズ側の要求を反映した研究開発を進めると同時に、地球温暖化防止新技術プログラムと省エネルギー技術開発プログラムの一環としての本プロジェクトの意義を明確化することが必要である。

2) 研究開発マネジメントについて

本プロジェクトの開始時点で、低分子系 EL 材料の発光効率と寿命を比較対象に目標設定されたことは、研究開発計画としては妥当であったと判断される。また、高分子 EL 材料の開発だけではなく、製造技術まで含んだ研究開発を実施したことは高く評価できる。追加資金により研究開発を加速するなど、情勢変化への対応も適切である。加えて、展示会や万博において積極的に外部への発表を行ない、関連産業への注目や期待感を高めることにも大きく貢献したと言える。

ただし、デバイス特性としての目標値の設定は、他のディスプレイとの競争を意識し、パネルメーカーの考え方が反映されたものとは言い難い。本プロジェクトが実施された 3 年間に他の競合技術も相当に進展してきていることを考慮すると、開発目標の見直しや、時宜を得たベンチマークとポジショニングによる軌道修正などの対応が必要であった。

3) 研究開発成果について

高分子系有機 EL 材料の特性は、低分子系の材料に比べるとまだ不十分であるとはいえ、本プロジェクトにおいて同等のレベルに達したことは高く評価される。特に、高分子系では世界最高の発光効率に加え、そのインク化と周辺材料の開発によって長寿命化に成功し、さらに量産化にも目途を立てている。また、成果発信についても、特許申請や論文発表ばかりでなく、2 インチ角の小型カラーディスプレイの実証に加え、愛知万博での展示や科学技術館での常設展示などはインパクトのある普及活動である。また、特許の絡みで難しい点もあろうが、学術論文へのきちんとした形での報告は、当該分野の発展のためにも重要と考える。

ただし、当初の目標は達成されたものの、プロジェクト発足当初に比べて他のディスプレイの進歩も著しいので、それらとの比較に置いて成果を評価することも大事である。

4) 実用化、事業化の見通しについて

材料の性能、量産化技術の確立の点から見て、実用化、事業化の見通しは立っていると判断される。特に、本プロジェクトと並行して、高分子有機 EL 材料を開発して

いた企業を買収し、さらに、材料を販売する企業を設立して、本プロジェクトでの開発品を世界に展開する道を付けていることは評価できる。また、インクジェット法による RGB の塗りわけが可能な高分子系 EL 材料のインク化に成功していることから、広告やポスターなどのフレキシブル・ディスプレイへの実用が視野に入ると考える。

ただし、ニーズ側であるパネルメーカーの要求する性能指標とは必ずしも一致するものではない面もある。パネルメーカーとの連携により、競合技術との将来動向を比較し、あるいはターゲットとする用途を明確化することなどが必要である。また、高分子材料の材料としての価格競争力という視点から、さらにコストを精査する必要があると考えられる。

研究評価委員会におけるコメント

第10回研究評価委員会（平成18年9月26日開催）に諮り、了承された。研究評価委員からのコメントは特になし。

研究評価委員会

委員名簿

委員長	曾我 直弘	滋賀県立大学	理事長 兼 学長
委員長代理	西村 吉雄	東京工業大学	監事
委員	伊東 弘一	早稲田大学	理工学術院総合研究所 客員教授 (専任)
委員	稲葉 陽二	日本大学	法学部 教授
委員	大西 優	株式会社カネカ	顧問
委員	尾形 仁士	三菱電機エンジニアリング株式会社	取締役社長
委員	黒川 淳一	横浜国立大学	大学院工学研究院 システムの創生部門 教授
委員	小柳 光正	東北大学大学院	工学研究科 バイオロボティクス専攻 教授
委員	佐久間 一郎	東京大学大学院	工学系研究科 精密機械工学専攻 教授
委員	富田 房男	放送大学	北海道学習センター 所長
委員	架谷 昌信	愛知工業大学	工学部機械学科 教授
委員	平澤 洽	東京大学	名誉教授
委員	吉原 一紘	アルバック・ファイ株式会社	技術開発部 理事

(合計 13名)

(敬称略、五十音順)

第 1 章 評価

この章では、分科会の総意である評価結果を枠内に掲載している。なお、枠の下の○、●、●が付された箇条書きは、評価委員のコメントを原文のまま、参考として掲載したものである。

1. プロジェクト全体に関する評価結果

1. 1 総論

1) 総合評価

フラットパネルディスプレイの一つとして大きく期待される高分子有機 EL では、高発光効率、長寿命等の性能を有する高分子発光材料の開発が最重要課題である。本プロジェクトでは、今後の基本材料として有望な実用材料の開発において当初目標を超えるとともに、その特長を活かせる最適成形加工技術の開発にも成功しており、これらの成果は、今後の国内メーカーの国際競争力や有機 EL 事業の発展という観点から高く評価できる。

ただし、本プロジェクトの開始から3年が経過した現時点で、他の有機 EL 発光材料や液晶・プラズマ等の他のディスプレイも大きな進展を見せているという現状を踏まえると、プロジェクト発足当初の目標設定や、実用化の時期における商品像を見据えた最終目標の設定・見直しが十分になされてきたとは言い難い点もあり、実デバイスにおける要求性能に照らせば成果には若干疑問が残る点もある。また、高分子材料特有の興味深い現象が多々観測されているので、それらのメカニズムに関する検証実験や議論をさらに進めてほしい。

今後は、当開発にこれまであまり関与していないパネルメーカーとの連携を密にしてニーズ側の要求も考慮し、開発成果の分析・評価等における客観性や論理性を高める努力が必要である。有機 EL に関する研究開発は日本がいち早く製品化に成功しているものの、昨今では小型ディスプレイ市場において韓国・台湾に先行を許している。こうした状況に鑑み、根幹材料としての発光材料の世界展開における日本技術の底上げを期待すると同時に、本プロジェクトの成果が日本の競争力強化に生かされるかどうかを継続的に調査することが必要である。

<肯定的意見>

- 高分子有機 EL はフラットパネルディスプレイの一つとして、特に素子構造が簡単、大面積化が容易、製膜技術の大幅な低コスト化が可能等の利点を有しているため大きな期待が寄せられているが、高発光効率、長寿命等で十分な性能を有する高分子発光材料の開発が最も重要な課題である。本プロジェクトでは今後の高分子有機 EL の基本材料となると考えられる当初の目標を超える優れた実用材料を開発し、また、それらの特長を生かすことができるプロセス技術の開発にも成功しており、その成果は高く評価することができる。
- 省エネルギー型次世代平面ディスプレイとしての有機 EL ディスプレイのキーマテリアルであるインクジェット法により大面積印刷を可能とする高分子 EL 材料の開発において、新規の赤 (R)、緑 (G) および青 (B) 色発光の高分子材料の開発に成功したばかりではなく、周辺材料の検討とパネル製造プロセスとしての最適成形加工技術の開発を行い、事業目標を凌駕する成果を達

成した。

- 本プロジェクトによって、住友化学が、新規母骨格の開発に成功し、世界における高分子蛍光デバイス材料の確固たる地位を築くことができたことは大きな成果と言える。今後、引き続き継続的に材料開発を進め、当分野のリーディングカンパニーを目指してほしい。
- 次世代ディスプレイとして期待の大きい有機EL実用化の最大課題を、材料性能と加工プロセス両面からとらえ、高分子EL材料に適格に狙いを定めた適時のプロジェクトである。
- 開発テーマや意義、そして開発の成果ともに、今後の国内メーカーの国際競争力や有機EL事業の発展を勘案すると、非常に高く評価できる。
- 次世代フラットパネルディスプレイとしてたいへん有望な高分子有機ELの発光材料開発の加速に有用であった。
- 今後、高分子実用化に向けて開発をさらに加速するための開発基盤が充実し、将来に向けて期待できる結果が達成できた。
- 低分子系に迫る高分子系材料の開発が実現できるなど材料開発に関しては良い成果が出ていると思われる。
- 助成先への100%の支援ではなく50%の支援であることは、助成先がリスクをとって助成を受けることを意味しており、助成先の真剣度を計ることができる制度として良い。

<問題点・改善すべき点>

- 本プロジェクト開始当時に比べて3年経過した現時点では他の有機EL発光材料、液晶、プラズマなど他のディスプレイ等も大きく進展しており、これまで余り関連を持ってきていないデバイスメーカーと密接に連携しつつ、評価、開発を進めるべきである。
- 15-20インチの有機ELディスプレイの市場展開が、今年度以降急速に早められると期待されているが、現状では、低分子系の蒸着膜に比べて、高分子系材料は発光特性、寿命を含めて劣っている。周辺部材の開発を含め、更なる発光効率と長寿命化のための開発が必要であると考えられる。
- 初期目標値の設定が甘く、実デバイスへの要求性能が満たせるのか不安が残る。今後、デバイスメーカーとの綿密な議論を行い、実デバイスへの要求性能を満足できる材料開発が必要と思われる。また、高分子材料特有の興味深い現象を多々観測されているが、メカニズムに対する検証実験、議論が不十分と感じられた。
- プロジェクト発足時の目標設定が、先行する低分子材料キャッチアップであることは理解しうる。が、実用化時期のディスプレイ商品像を見据えた最終目標およびそこに至る段階的目標の設定などニーズ側の要求も考慮し、適時な見直しも行うべきであった。

- 今後の市場動向を見通すと、「低コスト」というキーワードは避けて通れない。今回の開発の延長線において、この方向性に対するインパクトを新たに付け加える必要がある。
- プロジェクト発足当初に設定した目標については、他のディスプレイ（特に液晶）との競争を意識し、実際に意味のある目標を設定すべきであった。プロジェクト発足時の2003年に立ち返って考えても、このプロジェクトの目標設定を「実用化開始レベル」と主張していた点は無理のある主張と考える。それゆえ、その目標値を達成した点をプロジェクト成功の根拠とするとするなら、その考え方にははなはだ疑問が残る。
- 省エネルギー効果については、12インチディスプレイで液晶が11W、有機ELが1Wと仮定するのは、あまりに我田引水ではないか。2003年時点においても、現時点においても、将来有機ELが液晶より低消費電力になることを主張する技術者がいるとしても1/10になると主張できる技術者はいないのであるか？もう少し、客観的に分析し、論理を築くべきと考える。
- インクジェット関連の開発については、本プロジェクトにおける努力はよくわかるが、インクジェット用発光材料の開発には、表面処理やインクジェット装置の開発が密接に絡んでおり、本プロジェクトの実施者のバックグラウンドから考えて無理があったのではないか？ 実際、作製した試作パネルのできばえの悪さはその問題を反映していると考ええる。
- プロセス技術開発については、幾つかの重要な成果があるものの、全体としては中途半端に終わった印象が強い。これが、例えば助成金の偏りなど助成先の潜在能力を100%発揮できない要因の反映であるかに関し、検討と総括が必要であると思われる。プロジェクトの本質が、材料とプロセス開発の両輪の相乗効果を期待するものであるならば、プロジェクト全体としての成果の両者の足し算ではなく掛け算として与えられるものであるからである。

<その他の意見>

- 有機ELディスプレイ用発光材料として、メルクがアベシアの子会社（コビオン）を吸収し、欧米で市場展開を図っている。一方、住友化学は、ダウ（米国）の当該部門の事業買収とケンブリッジディスプレイテクノロジー（CDT）との合弁会社設立による、もう一つの企業群を形成しており、今後は、両者を中心とした競争になると考えられる。有機ELに関する研究開発は、日本がいち早く製品化に成功しているが、昨今では小型ディスプレイ市場において、韓国・台湾に先行を許している。根幹材料としての発光材料の世界展開で、日本技術の底上げを期待したい。
- 有機ELディスプレイ全般の技術ベンチマークを行い、技術のポジショニングをすることが好ましい。
- 本プロジェクトの成果が日本の競争力強化に生かされるかどうかを継続的に

継続調査することが必要と考える。特に、このプロジェクトの成果として得られた知見などを一部用いた材料が海外デバイスメーカーも日本メーカーと同等に利用することができるようになるなら、本プロジェクトが日本の競争力強化にほとんど寄与しなかったという結果を生みかねない。

2) 今後に対する提言

高分子有機 EL 材料は高効率化と長寿命化における発展性があると見込まれるので、パネル化のための製造技術や周辺材料技術を含め、更なる研究開発、実用化研究が必要である。その際、フラットパネルメーカーと密接な連携を保ちながら、応用ターゲットを明確にして実デバイスの要求性能を満足できる開発を進めるなど、アジア諸国の研究機関に対抗していく組織作りが必要である。

有機 EL 材料の開発はディスプレイへの応用だけでなく、そこから生み出される知見が今後の産業として期待される有機エレクトロニクスの基礎として応用できる可能性もあることから、引き続き国の支援を含む積極的な実用化の推進が求められる。

<今後に対する提言>

- ・ 本プロジェクトの成果を基盤にフラットパネルデバイスメーカーと密接な連携を持って開発を進める必要がある。
- ・ 高分子 EL 材料の特性に関しては、まだ、高効率化と長寿命化は発展性があると考えられる。パネル化のための製造技術や周辺材料技術を含め、更なる研究開発、実用化研究が必要である。
- ・ デバイスメーカーとの綿密な議論を行い、実デバイスへの要求性能を満足できる材料開発が必要である。日本国内で化学メーカーと電機メーカーがある程度の規模のアライアンスを組んで、アジア諸国の研究機関に対抗していく組織づくりが必要と考える。
- ・ 高分子材料特有の興味深い現象を多々観測されているが、メカニズムに対する検証実験、議論が不十分と感じられ、今後、大学研究機関との連携が切に望まれる。
- ・ 高分子 EL の一定の基盤技術が確立した。これをベースにデバイスの実現化・実用化に向けた更なる開発加速を推進していただきたい。
- ・ パネルメーカーの要求を適格に把握するために、密な協力体制構築を推したい。
- ・ 同様のテーマにおける次段階の研究開発は進めるべきである。有機 EL 材料の開発は、ディスプレイへの応用だけでなく、そこから生み出される知見が今後の産業として期待される有機エレクトロニクスの基礎として応用できる可能性がある。
- ・ 高分子有機 EL は次世代フラットパネルディスプレイ技術としてたいへん有望であり、実用化のための更なる研究開発を加速推進することが求められる。
- ・ 低分子系に迫る高分子系材料の開発が実現できたとすると、本研究成果に基づく実用化の進展が高分子系 EL 材料の今後を左右するとも言えます。国の支援を含む積極的な実用化の推進を期待します。
- ・ 何よりも応用ターゲットの明確化が必要と思われます。双方向デバイスなどの新機軸の萌芽も見られますが、これは今後の開発課題も多々あることが想定されますし、あくまでもニッチ的な位置づけと思われます。ニッチ市場を狙うの

か、王道市場を狙うのか、その明確化が何よりも今後の実用化に向けた取り組みを決定しますので、まずその明確化が必要と思われます。資料中では応用ターゲットの“迷い”が感じられました。

- 今後の材料評価については、材料屋が設定した目標スペックではなく、ユーザの視点から見た要求スペックの設定が必要と思われます。その意味で、ユーザとのこれまで以上に密接な議論を期待しています。

<その他の意見>

- 有望技術のひとつであり、今後の発展に大きく期待する。

1. 2 各論

1) 事業の位置付け・必要性について

新しい電子デバイスの本命として大きな期待が寄せられている高分子有機 EL は、材料特有の不安定性や新プロセスの開発などの未開拓の新しい科学技術が必要とされているが、今までは欧米に技術先行され、パネルメーカーの開発が欧米材料メーカーの開発スピードに制約されるネック状況であった。本プロジェクトにより、国産技術を育成し、国際競争力を高めるレベルに近づいたことの意義は大きい。また、発光材料そのものの全世界における総需要量はそう多くはないので、一企業が自己資本のみで十分に高いレベルのものにするには少し難しい面もある。従って、これを NEDO 事業として支援したことは適切であったと判断される。

今後は、デバイスメーカーと十分に連携してニーズ側の要求を反映した研究開発を進めると同時に、地球温暖化防止新技術プログラムと省エネルギー技術開発プログラムの一環としての本プロジェクトの意義を明確化することが必要である。

<肯定的意見>

- 有機 EL はフラットパネルディスプレイの一つとして日本が主導権をとるべき重要な課題であるが、省エネルギーという視点からも重要であり、中でも製造プロセスのコストなどの面から言っても高分子有機 EL への期待は大きい。しかし、その中心である高分子有機 EL 発光材料そのものの開発が遅れていたことから、これを日本が先導することは非常に意義が大きい。また、この決め手となる発光材料そのものの全世界における総需要量はそう多くはないので、一社が自己資本のみでこれを手がけ、十分に高いレベルのものにするには少し難しい面もある。これらの諸点から見て、NEDO 事業として支援したのは大きな意義のあることであったと考える。
- 現状の液晶ディスプレイ (LCD) においては、その消費電力の 3 / 4 はバックライトによるものであり、光バルブ(液晶)により RGB 表示させるために全面照射が必要で、低消費電力化には限界がある。また、LCD においては、ディスプレイとしての見易さに大きく影響する黒色を出すための工夫が問題となっている。その点、有機 EL は、自発光であり、ここ 10 年の材料開発により飛躍的に発光効率・寿命が向上してきており、本研究開発においては、当初の目標をはるかに凌駕する結果が得られた。一方、大画面ディスプレイのための製造プロセスを考えると、現状の低分子系 EL 材料の真空蒸着では対応が困難であることから、印刷可能な高分子系 EL インクの開発も急務である。これらの点で、本研究開発は、時節を得たものであり、NEDO 事業として妥当であると判断する。
- 有機エレクトロニクスは、新しい電子デバイスの本命として大きな期待が寄せられているが、材料特有の不安定性や、新プロセスの開発など、未開拓の新しい科学技術が必要とされている。そのために、本プロジェクトは、当該分野の

活性化にとって非常に有用なプログラムであったと考える。

- 有機EL材料は欧米に技術先行され、パネルメーカーの開発が欧米材料メーカーの開発スピードに制約されるネック状況であった。
このプロジェクトにより、国産技術を育成し、国際競争力を高めるレベルに近づいたことの意義は大きい。テーマ自身もNEDO事業に適した設定となっている。
- 有機ELの実用化を目指す国内外のパネルメーカーの態勢は、ここにきて振り出しに戻っている感がある。つまり、まだまだスタートラインに立っていない事業と見ることもでき、この事業に必要な技術要素は可能な限り国内メーカーが狙いにいく必要がある。現時点での技術開発動向、国際競争力の観点、市場動向などを勘案すると、今回の事業は極めて妥当であると考ええる。
- 高分子有機ELは次世代フラットパネルディスプレイとしてたいへん有望であり、本プロジェクトは、デバイス基盤プログラム、地球温暖化防止新技術プログラム、省エネルギー技術開発プログラムなどに大きく寄与することが期待できる。
- 高分子有機EL材料は、単に材料開発だけでなく、デバイスによる評価や劣化メカニズム解明などが必要であり、NEDOの関与による研究開発加速ができたと考ええる。
- プロジェクト発足当初に比べて、RGB各発光材料の寿命は1桁以上の向上ができており、投じた予算に十分見合う成果が得られていると考える。
- このプロジェクト発足時の2003年時点では、高分子有機EL発光材料の分野では、CDT、Dow、Covionなど海外の材料メーカーが先行していたが、現在は住友化学が世界トップのレベルとなっており、日本の国際競争力強化の点でも評価できる。
- 現時点では性能面で劣るものの有機材料を使うことのメリットが最も発揮できると考えられる高分子系EL材料の高性能化とそれを用いたパネル製造プロセスの開発という極めて重要な課題の克服は、有機材料を用いた広い意味でのディスプレイ実用化の上で必須案件であり、NEDOが積極的に関与すべき価値あるテーマと考える。

<問題点・改善すべき点>

- 材料、プロセスの開発が進んだことから、今後デバイスメーカーと十分に連携を持ちながら更に研究開発を進める必要がある。
- 今回の研究開発は、3年間という短い開発期間であった。そのため、高分子EL材料における発光機構の解明や長寿命化を含めた周辺技術の開発は、今後の課題として残っている部分もある。
- アジア、欧米諸国でも大型の研究プロジェクトが動いていることを考えると、材料開発、プロセス開発を含め、有機ELデバイスの産業化を目指した、より

包括的なプログラムが必要である。

- シーズ指向の高いプロジェクトであるが、ニーズ側の要求が必ずしも十分に反映されているとはいえない面がある。とくに昨今の各種ディスプレイ技術間での性能競争激化への対応、技術選択の方向性に関して適時に議論・修正すべき事項と考える。
- 今回の事業は、地球温暖化防止新技術プログラム、省エネルギー技術開発プログラムの一環と位置付けられているが、この面での効果が不鮮明である。有機 EL に置き換えることで、二酸化炭素の排出抑制につながるとする主張には、やや違和感を覚える。
- 有機 EL が省エネルギーに有効との論理展開は定性的には正しいが、12インチディスプレイで液晶が 11W、有機 EL が 1W と仮定するのは、あまりに公平性・客観性を欠いた説明ではないか？
- 有機 EL によるディスプレイが、本当に低消費電力化と地球温暖化防止の新技術であるかについて議論が直感的な検討に留まっており根拠の提示が不十分である。
- 本成果の市場規模の見通しにおいて想定されている 2011 年での移行率は、あまりにも楽観的である。

<その他の意見>

- ・ NEDO プロジェクトとして開発が進められたと云うことからして、今後これらの成果が日本企業を優先に活用されるよう配慮が必要である。

2) 研究開発マネジメントについて

本プロジェクトの開始時点で、低分子系 EL 材料の発光効率と寿命を比較対象に目標設定されたことは、研究開発計画としては妥当であったと判断される。また、高分子 EL 材料の開発だけではなく、製造技術まで含んだ研究開発を実施したことは高く評価できる。追加資金により研究開発を加速するなど、情勢変化への対応も適切である。加えて、展示会や万博において積極的に外部への発表を行ない、関連産業への注目や期待感を高めることにも大きく貢献したと言える。

ただし、デバイス特性としての目標値の設定は、他のディスプレイとの競争を意識し、パネルメーカーの考え方が反映されたものとは言い難い。本プロジェクトが実施された 3 年間に他の競合技術も相当に進展してきていることを考慮すると、開発目標の見直しや、時宜を得たベンチマークとポジショニングによる軌道修正などの対応が必要であった。

<肯定的意見>

- 開発目標はほぼ妥当であり、開発計画も妥当であったので目標を達成している。
- プロジェクト開始時点での高分子系 EL 材料の諸特性は、低分子系のそれと比較して低く、本研究開発が低分子系の発光効率と寿命を念頭に目標設定された点を考慮すると、妥当な研究開発計画であると判断する。また、高分子 EL 材料の開発だけではなく、パネル化のためのインクジェット法による RGB の塗りわけや封止技術、そして陰極配線のレーザーを用いたマスクレス加工など、製造技術まで含んだ研究開発を実施したことも高く評価できる。
- 新規骨格の高分子 EL 材料の開発が、1 年で達成されたことに驚くと同時に、分子設計が事前に十分に吟味されていたことがおおきな成功に繋がっていると推察される。有機デバイスの場合、材料開発がプロジェクトの鍵になることを考えると、非常に順調にプロジェクトが進行したものと考ええる。
- 材料開発に伴うリスクを、研究のアプローチ方法あるいは大学への研究委託等によりうまく分散させている。また、材料メーカーとしての主導と専門性を充分発揮できる研究体制の構築がうかがえる。
- 研究開発の運営管理において、展示会や万博において積極的に外部への発表を行っている点は、高く評価できる。研究開発に差し障りのない範囲で、成果を外部に公開することは、その産業への注目や期待感を高める上で非常に重要と考える。
- 本プロジェクトにおける研究開発については、適切に推進されていると判断する。競合メーカーなどの進捗と比較しても、達成された発光材料のレベルは十分高いレベルにあり、適切な研究開発マネジメントがなされた故と判断する。
- 材料開発については、開発目的を具体的かつ定量的に設定しており、研究推進上も単年毎にメリハリをつけており、また追加資金により研究開発を適切に加速している。

- 担当研究チームは、有機 EL 研究の初期段階から高分子系 EL 材料のパイオニアの 1 つとして認知されている機関あるいは低分子系有機 EL 素子の作製装置開発に実績のある機関であり、助成先としても妥当であると思われる。

<問題点・改善すべき点>

- 有機 EL、その他のフラットパネルディスプレイ技術も本プロジェクト開発当初から 3 年経過してかなり進展しているため、その点を考慮に入れ、あらためて開発目標を見直してみることも大事である。ただ、その新たな目標に向けてさらなる開発を進める基盤が本研究で既に出来上がっているとも見られる。
- 有機 EL ディスプレイは、携帯電話などの小型ディスプレイから中型を目指した実用化が進んでいる。これらの市場を含めた開発の急激な進展に対し、今後の対応が期待されるとともに、一層の企業努力が必要であると考えられる。
- 有機 EL のデバイス特性としての目標値の設定が十分に吟味されたものか疑問が残る。パネルメーカーとの定期的な議論が必要と感じる。
- LCD と PDD という強力な競合技術が性能競争を展開している中で、後追い技術としての優位性が発揮できるべく、適時なベンチマークとポジショニングにて、必要に応じた軌道修正を行ってほしい。
- 事業の目標として設定している発光効率や寿命の値が、より使い手（パネル・メーカーなど）の考え方が反映された根拠であれば良かったと感じる。
- プロジェクト発足当初に設定した目標については、他のディスプレイ（特に液晶）との競争を意識し、実際に意味のある目標を設定すべきであった。プロジェクト発足時の 2003 年に立ち返って考えても、このプロジェクトの目標設定を「実用化開始レベル」と主張していた点は無理のある主張と考える。それゆえ、その目標値を達成した点をプロジェクト成功の根拠とするとするなら、その考え方にははなはだ疑問が残る。
- インクジェット関連の開発については、本プロジェクトにおける努力はよくわかるが、インクジェット用発光材料の開発には、表面処理やインクジェット装置の開発が密接に絡んでおり、本プロジェクトの実施者のバックグラウンドから考えて無理があったのではないかと懸念がある。実際、作製した試作パネルのできればの悪さはその問題を反映していると考えられる。
- （助成先の要望の反映かもしれないが）材料開発とプロセス技術開発が本プロジェクトの両輪であるはずであるのに、材料開発への資金の偏りが研究成果に反映されているのではないかと懸念がある。

<その他の意見>

- ・ 大阪大学（横山正明教授）以外にも、東京工業大学、筑波大学、大阪教育大学、大阪府立大学、名古屋大学、および早稲田大学など、高分子系材料の光電子機

能に関する基本的な研究に関し、世界的にも注目を集めているグループと共同研究している。これらの成果が直ぐに高分子ELディスプレイの実用化に結びつくとはいえないが、当該分野の裾野を広げ、かつ研究者の新たな集まりを作ったことを高く評価したい。

3) 研究開発成果について

高分子系有機 EL 材料の特性は、低分子系の材料に比べるとまだ不十分であるとはいえ、本プロジェクトにおいて同等のレベルに達したことは高く評価される。特に、高分子系では世界最高の発光効率に加え、そのインク化と周辺材料の開発によって長寿命化に成功し、さらに量産化にも目途を立てている。また、成果発信についても、特許申請や論文発表ばかりでなく、2インチ角の小型カラーディスプレイの実証に加え、愛知万博での展示や科学技術館での常設展示などはインパクトのある普及活動である。また、特許の絡みで難しい点もあろうが、学術論文へのきちんとした形での報告は、当該分野の発展のためにも重要と考える。

ただし、当初の目標は達成されたものの、プロジェクト発足当初に比べて他のディスプレイの進歩も著しいので、それらとの比較に置いて成果を評価することも大事である。

<肯定的意見>

- 開発された材料は世界最高の性能のものとなっており、更に量産化も目途を立てていることから十分な成果が得られている。また製造プロセスについても目標を達成している。更に、特許に関しても十分に申請が進んでいる。
- 低分子系の有機 EL 材料に比較して、高分子系材料の特性はまだ不十分であるとはいえ、本研究開発において同等のレベルに達したことは高く評価したい。特に、高分子系では世界最高の発光効率に加え、そのインク化、および周辺材料の開発により長寿命化にも成功している。また、成果発信についても、特許や論文ばかりではなく、2インチ角の小型カラーディスプレイの実証に加え、愛知万博での展示や科学技術館での常設展示において、インパクトのある普及活動であると判断する。
- 当初の目標値をクリアしている。さらに、プロジェクト終了後の研究成果には、目覚ましい進歩が見られ、市場への材料の投入が期待できる。
- プロジェクト期間内に初期目標を達成した。が、終了2ヵ月後にそれをはるかに上回る成果を出している。プロジェクト・チームとしての研究開発能力レベルが向上したことの証である。数値目標以上に大きな成果であると評価したい。
- すべての面で当初目標とした成果を達成しており、高く評価できる。
- 開発した材料の特性は、業界最高水準であることは間違いなく、今後の有機 EL 技術の進展に大いなる意義がある開発である。
- 高分子有機 EL 発光材料として、世界トップレベルの材料が開発できており、成果は大きな意義を有する。この成果をベースに今後開発をさらに推進することにより、実用的な高分子有機 EL のレベルに達することが可能と見通せる。
- 高分子有機 EL はモバイル機器だけでなく大型テレビまで可能性を有しており、本プロジェクトの成果は今後大きな市場を開拓する可能性を広げたといえ

- る。
- 材料開発については、目標値をクリアした研究成果を着実に上げており評価できる。
 - 特許出願については、国内・外国出願とともに十分な数の特許出願が行われている。

<問題点・改善すべき点>

- 今後パネルメーカーと密接な連携を持って開発、素子としての長寿命化をはかり実用化を進める必要がある。
- RBG の色純度という点では、まだ改良の余地があるようである。今後、パネルメーカーとの協力で、一刻も早い大画面ディスプレイへの実装を達成していただきたい。
- 特許の絡みで学术论文がほとんど出版されていないが、特許公開後、直ちに学会や学术论文への公開が期待される。ノウハウ部分の公開は困難であると思われるが、学术论文へのきちんとした形での報告は、当該分野の発展のためにも重要と考える。
- 数値目標以外のプロジェクト成果領域が不明確である。
- 成果に至るプロセスにおいて新規部分、ブラックボックス部分、汎用技術の改善部分等の区別を明確にすべきである。
- 個別の材料の特性を、他社開発状況と比較したり、実際の使用シーンを想定した数値に落とし込んだりしていない点が、外部からは評価しにくい発表になっていると感じる。
- 目標値はクリアしているが、そもそもプロジェクト発足当初に設定した目標については、疑問が残る。他のディスプレイ（特に液晶）との競争を意識し、実際に意味のある目標を設定すべきであった。プロジェクト発足時の 2003 年に立ち返って考えても、このプロジェクトの目標設定を「実用化開始レベル」と主張していた点は無理のある主張と考える。それゆえ、その目標値を達成した点をプロジェクト成功の根拠とするとするなら、その考え方にははなはだ疑問が残る。
- 特許出願数に比較し、学会発表や論文発表が少なく、国からの助成を受けた研究開発成果の適切な普及という観点で改善が必要と思われる。

<その他の意見>

- ・ 特許戦略においては、改良特許や製造特許ではなく、基本特許にもつながる基礎的な研究開発のための戦略も重要であると考ええる。

4) 実用化、事業化の見通しについて

材料の性能、量産化技術の確立の点から見て、実用化、事業化の見通しは立っていると判断される。特に、本プロジェクトと並行して、高分子有機 EL 材料を開発していた企業を買収し、さらに、材料を販売する企業を設立して、本プロジェクトでの開発品を世界に展開する道を付けていることは評価できる。また、インクジェット法による RGB の塗りわけが可能な高分子系 EL 材料のインク化に成功していることから、広告やポスターなどのフレキシブル・ディスプレイへの実用が視野に入ると考える。

ただし、ニーズ側であるパネルメーカーの要求する性能指標とは必ずしも一致するものではない面もある。パネルメーカーとの連携により、競合技術との将来動向を比較し、あるいはターゲットとする用途を明確化することなどが必要である。また、高分子材料の材料としての価格競争力という視点から、さらにコストを精査する必要があると考えられる。

<肯定的意見>

- 材料の性能、量産化技術の確立の点から見て、実用化、事業化の見通しは立っていると判断できる。特に、本プロジェクトと並行して、高分子有機 EL 材料を販売する企業を買収し、本プロジェクトでの開発品を世界に展開する道を付けていることは評価できる。
- 少なくともインクジェット法による RGB の塗りわけが可能な高分子系 EL 材料のインク化に成功していることから、フレキシブル・ディスプレイへの実用が視野に入ると考える。特に、印刷法による自発光型表示素子が可能という点で、広告やポスターへの応用も市場として考えられる。これらの点で、実用化の可能性および事業化は十分に高い。かつ、世界最高の発光効率と長寿命を達成していることから、現状では韓国・台湾に水をあけられた小型の有機 EL ディスプレイの日本の巻き返しにもつながると考える。
- 高性能の材料が開発されたことから、市場への早期投入が期待される。
- 高分子 EL 材料の現状レベルと将来致達点を見据えての実用化シナリオに賛同する。さらに、時期、コストについてはより厳しいターゲット設定をし、今後鋭意推進していただきたい。
- 事業化の体制については明確になっており、高く評価できる。
- 現時点で実用化レベルとはいえないが、実用化に向けて見通しが付いてきたレベルと言える。今後の課題も明確になっており、事業化に向けて大きな期待ができる。
- 材料自体としては、少なくとも R & D 用途あるいは feasibility study 用途での実用化の可能性は出来ていると思われる。また、プロセス装置としても限定的な R & D 用途での実用化の可能性があるとと思われる。
- 材料のコストダウンについては、1 t / 年程度の大量生産化技術の開発にも成

功しており、一定の見通しが立っていると思われる。

<問題点・改善すべき点>

- 長寿命化などについて更に研究を進める必要がある。
- パネルメーカーとの連携が今後の大きな課題であり、かつその成果としての一刻も早いインクジェット法による大画面ディスプレイの実現を期待したい
- 高分子材料の材料としての価格競争力に疑問が残る。低分子材料に比べて安いコストで市場に提供できるのかを今後明らかにしてほしい。
- ニーズ側であるパネルメーカーの要求する性能指標とは必ずしも一致するものではない。ニーズは刻々変化するものであるから、パネルメーカーとの密な協調による対応をとっていただきたい。
- 競合技術との将来動向比較、あるいはターゲットとする用途の明確化が十分でなく、これまでの一般論から脱していないと感じる。
- インクジェット用材料の開発という点では、実用化レベルと程遠い。インクジェット技術はバンク技術、親水撥水処理技術、インクジェット装置技術などとの連携において開発すべきものであり、材料メーカーと蒸着装置メーカーのみで推進したのはやや無謀であったのではないか？ 今後は、デバイスメーカー主導での開発を推進すべき事項と考える。
- その他の事業化までのシナリオ、波及効果については現時点で不明である。

<その他の意見>

- ・ 製造プロセス・加工技術面では、低コスト化および高生産性面からの切り口で更なる検討が必要である。競合相手はLCD/PDPであることが原点であることを再認識したい。

2. 個別テーマに関するコメント票

2. 1 高性能高分子発光材料創成技術の開発

1) 成果に関する評価

新規に開発した高分子発光材料を用いて、RGBの三原色に対し、発光効率および寿命等の特性は世界最高水準に到達しており、その材料を中心とするELデバイスの周辺材料や技術についても高い水準を達成している。インク化や高い合成収率などの実用・事業化も視野に入れた開発に成功していることに加え、長寿命化にも貢献している封止技術やインターレイヤー、陰極材料の検討などでも高い成果が得られていると判断される。開発競争の極めて厳しい有機ELにおいて、新規骨格を創出できたことは特筆に値する。

一方、ディスプレイとして競合技術となる液晶やプラズマは、現在相当の勢いで性能の改善が図られている。こうした中で有機ELの特徴を打ち出すには、低消費電力化（発光効率の向上）とコストダウンに関連する技術開発が一層重要と考えられ、さらなる改善・改良が求められる。

また、赤色燐光材料の開発に取り組んでいるが、今後は緑色、青色を含めての燐光デバイス材料開発の戦略も必要と考えられる。

<肯定的意見>

- 発光効率、寿命等の特性は世界最高水準に到達しており、その材料を中心とするELデバイスの周辺材料、技術についても高いレベルに達している。
- 新規に開発した高分子発光材料を用いて、RGBの三原色に対し、発光効率および寿命という点で目標値を凌駕する結果を得ている。また、そのインク化や高い合成収率などの実用・事業化も視野に入れた開発に成功している。さらに、長寿命化にも貢献している周辺材料、具体的には、封止技術、インターレイヤーや陰極材料の検討など、世界的にも高い成果であると判断する。
- 極めて開発競争が厳しい有機ELにおいて、新規骨格を創出できたことは特記すべき成果と考える。
- 初期の目標値は大幅にクリアし、国産技術として世界トップに達した。加えて、今後の改善効果も大いに期待できる。
- 個別テーマの成果は、目標値を達成している。現時点で業界最高の水準であるのは間違いなく、新たな事業の創出に先鞭を付ける可能性がある開発だと考える。
- 高分子有機EL発光材料として、世界トップレベルの材料が開発できており、成果は大きな意義を有する。この成果をベースに今後開発をさらに推進することにより、実用的な高分子有機ELのレベルに達することが可能と見通せる。
- 高分子有機ELはモバイル機器だけでなく大型テレビまで可能性を有しており、本プロジェクトの成果は今後大きな市場を開拓する可能性を広げたといえる。

- 目標値をクリアした成果が得られており、当該分野での実用化を加速・進展させる可能性のある高い成果である。
- 新規骨格に基づく高性能高分子系 EL 材料の開発成果であり、汎用性を有する成果であると思われる。

<問題点・改善すべき点>

- フラットパネルディスプレイに関する他の材料、技術の進展も著しいので、それらとの比較の上での評価をもさらに進めてさらなる開発に反映し、本プロジェクトでの成果を確実なものとする必要がある。
- 白色発光に関する色純度、発光効率、寿命に関する研究開発は、今後の発展を期待する。
- 赤色発光材料に関しては、高性能化が期待できるリン光材料の開発に取り組んでいるが、青色、緑色に関しては、リン光への取り組みが見られない。今後のリン光デバイスを含めた材料開発の戦略が必要と思われる。
- 関連技術として低分子材料のベンチマーク、適用製品としての LCD/PDP 製品仕様トレンドから目標ターゲットの適正、技術のポジショニングを明らかにしてほしい。
- ディスプレイとして競合技術となる液晶や PDP は今、すさまじい勢いで性能の改善が図られている。例えば、性能では消費電力が大幅な低減を見せており、コストダウンのスピードも速い。こうした中、有機 EL に特徴を打ち出すための、低消費電力化（発光効率の向上）とコストダウンに関連する技術開発の重要性は、一層高まる。さらなる改善・改良が求められると考える。
- 目標値はクリアしているが、そもそもプロジェクト発足当初に設定した目標については、疑問が残る。他のディスプレイ（特に液晶）との競争を意識し、実際に意味のある目標を設定すべきであった。プロジェクト発足時の 2003 年に立ち返って考えても、このプロジェクトの目標設定を「実用化開始レベル」と主張していた点は無理のある主張と考える。それゆえ、その目標値を達成した点をプロジェクト成功の根拠とするとするなら、その考え方にははなはだ疑問が残る。
- 双方向光変換素子については、興味深い成果であるものの実用化という観点では、過度の期待や主要な応用ターゲットと位置づけるのは疑問である。

<その他の意見>

- ・ 高分子有機 EL 材料として燐光を用いるものも視点に入れて今後開発を進める必要がある。
- ・ 新規開発した高性能材料であり、国内パネルメーカーに優先的に供給し、パネル化に向けての開発に協力体制をとっていただきたい。

2) 実用化の見通しに関する評価

現状性能レベルではアプリに制限があるものの、材料特性や実用レベルでの量産技術の開発、ドットマトリックス高分子 EL ディスプレイの試作状況等から見ると、EL 材料として実用化の可能性は充分にあると判断できる。事業化を想定した体制を整えている点も高く評価でき、早期にパネル開発に着手すべき段階に達したと考える。

今後は、フラットパネルデバイスメーカーとの連携を深めて、本プロジェクトで開発した新規材料を十分に使いこなす技術を確立し、またそれを反映させて更に優れた材料の開発を進めることが望ましい。また、インクジェット技術との整合のため、設備メーカーとの協業のスキームを作り上げて開発を推進すべきである。

競合技術の市場環境は激変しているので、市場動向と最適な用途を見極めることが今後の重要課題である。

<肯定的意見>

- 材料特性、実用レベルでの量産技術の開発等から見て、EL 材料として実用化の可能性は充分にあり、販売体制も確立していることは高く評価できる。
- ドットマトリックス高分子 EL ディスプレイの試作を含め、実用化の可能性を十分に証明している。
- 早急な実用化が期待できる。
- 現状性能レベルでは、アプリに制限があるが、早期にパネル開発に着手すべき段階に達したと考える。
- 事業化を想定した体制を整えている点は評価できる。
- 現時点で実用化レベルとはいえないが、実用化に向けて見通しが付いてきたレベルと言える。今後の課題も明確になっており、事業化に向けて大きな期待ができる。
- 材料としては、少なくとも R & D 用途あるいは **feasibility study** 用途での実用化の可能性は出来ていると思われる。

<問題点・改善すべき点>

- フラットパネルデバイスメーカーとの連携を深めて、本プロジェクトで開発した新規材料を十分に使いこなす技術を確立し、またそれを反映させて更に優れた材料の開発を進めることが望ましい。
- ポリフルオレン系の発光材料において、赤色は燐光発光を用いているが、発光機構からしても、緑および青色での燐光の利用も課題か？
- 材料としての価格競争力、リン光高分子との性能競争力が、今後、実用化の重要な論点になると思われる。
- インク化技術は、インクジェット技術との整合が必須であるが、この点は未熟である。設備メーカーとの協業のスキームを作り上げ、開発加達を推進すべき

と考える。

- 実際の実用化は、材料そのものの特性だけでは判断できない。上述のように、競合技術の市場環境が激変しており、少なくとも中途半端な性能では有機 EL の出番がない状況である。市場動向と、最適な用途を見極めることが課題と考える。

<その他の意見>

- ・ 各パネルメーカーは夫々所有するプロセス・設備が異なる。パネルメーカーがそれらとの整合をとるためのプロセスインテグレーション開発にまず着手することが実用化への第1歩となる。材料供給をお願いしたい。
- ・ 劣化メカニズムの解明が寿命向上に必要であり、実験結果をより広く世の中に公開し、世の中の議論や研究を活発化させた方がより開発が速く進むと考える。
- ・ 目標スペックが、パネルメーカーからの材料に対する要求スペックに基づいたスペックになっているかの再検討が必要である（例えば、材料寿命を半減寿命で評価することは妥当であるか？パネルとして許容可能な出力低下までの寿命で評価すべきでないかなど）。

3) 今後の研究開発の方向性等に関する提言

これまで比較的少なかったデバイスメーカーとの接点を増やし、応用ターゲットを明確にしてデバイスメーカー各社に本プロジェクトで開発した材料を提供し、その性能を最大限に生かすべく周辺技術も含めて開発を進めるべきである。競合技術の性能改善をベンチマークし、キャッチアップするための加速手法と見通しをシーズ側ロードマップとして明確にして頂きたい。

また、将来主役となる可能性もある燐光材料に対する研究開発を進めることも望ましい。

<今後に対する提言>

- ・ これまでデバイスメーカーとの接点が比較的少ないが、今後デバイスメーカー各社に本プロジェクトで開発した材料を提供し、その性能を最大限に生かすべく周辺技術も含めて開発を進めるべきである。また、燐光を利用する高分子EL材料が将来主役となる可能性もあるので、その方面の研究開発も望ましい。
- ・ ディスプレイへの実用には、RGBの個々の色純度および白色発光のための工夫が必要か？
- ・ 今回のプロジェクトで明かとなった様々な高分子特有の物理現象を、アカデミックな視点から完全にメカニズムの解明を進めてほしい。そのことが、当該分野の進歩に大きく繋がると考える。
- ・ 対LCD/PDPの性能改善をベンチマークし、キャッチアップするための加速手法と見通しをシーズ側ロードマップとして明確にしていきたい。それを基に、パネルメーカー側との将来方向性を議論し、共同作業として明確化していくことが好ましい。
- ・ 間違いなく、「低コスト化」を目指した開発が最重要である。性能が高いだけでは、本当のインパクトとはいえない。
- ・ デバイスメーカーとの連携よって、さらに開発加速し、早く実用化レベルを達成することを望む。
- ・ 日本の国際競争力を損なわないよう、本プロジェクトの成果の一部を使用して開発した材料については、日本メーカーへの材料提供と海外メーカーへの材料提供に3年程度のタイムラグを設けるなど配慮が必要。
- ・ 世界最高水準の高分子系EL材料の研究開発を実現したわけであるから、ここが正念場と考え事業化に向けた一層の取り組みを期待する。
- ・ まず、応用ターゲットの明確化が不可欠であると考ええる。

<その他の意見>

2. 2 有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発

1) 成果に関する評価

本プロジェクトで開発された高分子有機 EL 材料をインクとしたインクジェット、電子ビーム蒸着によるダメージレス陰極製膜技術、レーザーを用いたマスクレス陰極配線加工技術など、新規性のある開発に成功しており、パネル製造プロセスという点においては高く評価できる。

一方、大型基板に適用する高分子有機 EL 製造装置のプロセスインテグレーションシステムの提案については、設計構想の提案としては評価できるが、現実的な生産設備としてはまだ検討すべき点が多いと思われる。

また、インクジェット用材料については、材料メーカーのみでの開発にはそもそも無理があることから、今後はデバイスメーカーに材料を提供してデバイスメーカーと緊密な連携をもって推進するよう開発スタイルを変更する方が適切であると考えられる。

さらに、製造技術に関しては、低コストの実現が今後の重要な課題の一つである。

<肯定的意見>

- 本プロジェクトで開発された高分子有機 EL 材料をインクとしたインクジェット、損傷を与えない陰極製膜技術、レーザーを用いたマスクレス加工技術などの開発に成功しているのはパネル製造プロセスということから高く評価できるが、実用パネルに適用するためには更に詰めておくべき点が種々あると考えられる。
- インクジェット法を用いた RGB の塗りわけにつき、インク特性の精緻な解析により各画素への均一製膜に成功している。また、陰極蒸着、封止および陰極のマスクレスでのレーザー加工など、目標を上回る成果を上げている。
- EB 蒸着によるダメージレスな蒸着源の開発及びレーザー加工によるマスクレス陰極構造の形成は、新規性が認められ、実用化への展開が期待される。特に、SP 法による陰極の製膜は、X 線が全く発生しないことから、今後の更なる開発が期待される。量産にも SP 法は最適な技術と思われる。
- デバイス作製につなげるプロセス・設備に関する主要課題を本プロジェクトの EL 材料／インクを用いて解決し、目標値をクリアした。
- 開発した技術は、今後の有機エレクトロニクス分野の応用を視野に入れたときに、汎用性が高い技術であり、意義があると考えられる。
- 新規蒸着源は、非常に独創性のある成果であると考えられる。
- 封止技術、陰極形成技術、マスクレス加工技術については、本プロジェクトにて着実に技術進展したと判断する。
- 多様なプロセス技術について、全て一定の成果を実現している。
- レーザー光源を使ったマスクレス加工技術の開発など、限られたリソースのもの

と新たな技術開発に向けたチャレンジを行っている。

<問題点・改善すべき点>

- 大型基盤に適用する高分子有機 EL 製造プロセスのインテグレーションシステムの提案を行っていることについては、設計構想の提案としては確かによいのだろうが、現実的な生産設備としてはまだまだ検討すべき所が多いように思える。
- プロセスインテグレーションに関しては、実際にシステムを駆動させてからの再検討が必要か？
- レーザー加工法においては、今後、歩留まりの向上など、生産性を視野に入れた開発が必要と思われる。
- 最重要課題を目標指標としてあげるべきと考える。例えばインクジェットであるなら、材料性能を反映するのは成膜後の厚さと形状であり、位置精度は装置課題であって副次指標のはずである。
- コストの観点の言及はあまりなかったが、今後はより低コストの製造技術が求められるようになる。この点での細かな積み上げが非常に重要になると考える。
- インクジェット用材料については、材料メーカーのみでの開発は本来無理があり、今後はデバイスメーカーに材料提供してデバイスメーカー主導で推進するよう開発スタイルを変更した方が適切と考える。
- 基本的に既存技術の改善であり、達成度も中途半端な印象がある。
- フェムト秒レーザーを使ったマスクレス加工技術については、新たな試みであるものの、実用プロセスへの実応用という観点では競合技術への優位性が不明確である。

<その他の意見>

- ・ ベンチマークすべきLCDの製造装置はタクト1分/1基板を15年間主張し続け、この間基板サイズ2m角にしようと努力し、実現してきた。この姿勢は見習うべきである。
- ・ プロセスインテグレーションシステムについては、どのくらいのコスト（装置価格）を想定しているのでしょうか？

2) 実用化の見通しに関する評価

パネル化に必須の発光材料のインク化と、環境制御された有機、金属、封止膜などの一貫製膜技術は、低分子系の有機 EL ディスプレイや他の有機デバイス製造にもつながる技術であり、波及効果を含めて応用範囲は広いと判断される。

今後は、実用素子が高い性能を持ち、長寿命を達成するため、封止技術等も含めて本プロジェクトで開発した技術の完成度を更に高めていく必要がある。また、製造設備については生産性に関する考え方が明示されていないため、プロジェクト結果のみで技術の優位性を断定するまでには至らない。性能と生産性の両面からのアプローチが求められ、コストターゲットを明確にすることが不可欠である。

実用化については、結局のところ、有機 EL の市場における必要性次第である。

なお、マスクレス加工技術に関しては、実用という点において評価できるレベルにないことに加え、今後主流となるアクティブ駆動有機 EL では陰極の加工を必要としないことから、必要性そのものについて疑問の余地がある。

<肯定的意見>

- 開発された技術の内、いくつかは実用化の可能性があると判断される。また、高分子有機 EL 以外にも適用の可能性があると考えられる。
- パネル化に必須の発光材料のインク化と、環境制御した有機、金属、封止膜などの一貫製膜技術は、低分子系の有機 EL ディスプレイや他の有機デバイス製造にもつながる技術であり、波及効果を含め、応用範囲は広いと判断する。
- ダメージ対策付き電子ビーム製膜は、実用化が期待され、有機 EL デバイスの標準技術としての普及が期待される。但し、将来技術としては、SP法による製膜への展開が期待される。
- 有機 EL 素子固有の脆弱性をカバーしうる新技术を提案した。実用化の検討対象技術の選択肢のひとつとなり得る。
- 既存技術に対しての位置付けと、その事業化戦略はよく検討されている。
- 陰極蒸着技術については、実用化レベルに近い。
- 限定的な R & D 用途での実用化の可能性があらと思われる。

<問題点・改善すべき点>

- 実用素子が高い性能を持ち、長寿命を達成するためには、封止技術等も含めてここで開発した技術を更に高めていく必要がある。
- 製造設備は、性能と生産性の両面からのアプローチが必要といえる。今回のプロジェクトでは生産性に関する考え方が明示されておらず、プロジェクト結果のみで技術の優位性を断定するまでには至らない。
- 実用化については、結局のところ、有機 EL の市場における必要性次第である。
- 封止技術は、膜数が多すぎ、コスト的に厳しいのではないかと？
- マスクレス加工技術は、実用という点ではまだ評価できるレベルにない。また、

今後主流となるアクティブ駆動有機 EL においては、陰極の加工は必要ないため、マスクレス加工技術の必要性そのものについて疑問がある。ただ、この技術そのものは他の応用可能性がある可能性もあるため、本プロジェクトで開発したこと自身は適切であったと考える。

- より一般的な実用化用途には、まずは技術的に一層の完成度を上げること、次にコストターゲットを明確化することが不可欠である。

<その他の意見>

3) 今後の研究開発の方向性等に関する提言

大画面ディスプレイも視野に入れたプロセスインテグレーションシステムの検討等の方向性は妥当である。今後、デバイスメーカーなどとの積極的な共同開発を進めていく必要があるとともに、本プロジェクトが NEDO の支援による開発であることから、国内のメーカーと優先的に技術提携していくことが望まれる。

デバイス性能の観点からは、プロセス・設備に関する技術の方向性が明確にされており、今後は量産技術につなげるための深耕が期待される。性能が高いだけでは本当のインパクトとは言えず、コストターゲットを明確にして、低コスト化を目指した開発が強く求められる。

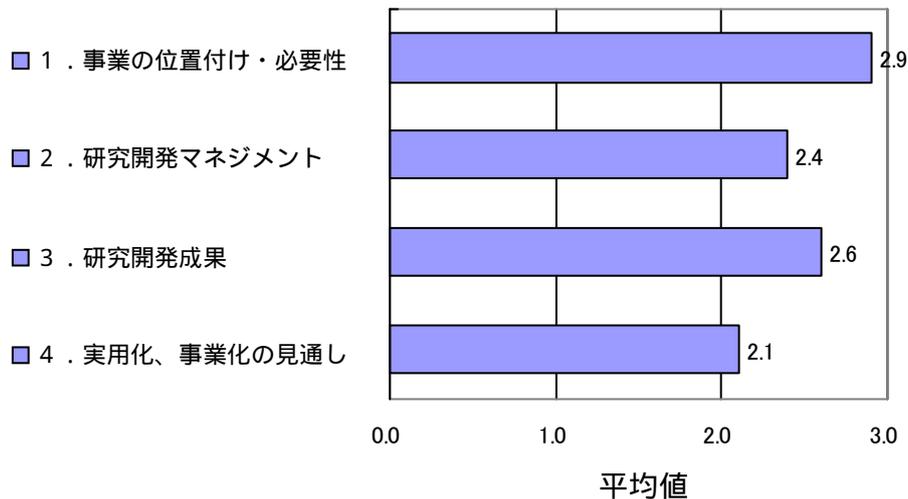
<今後に対する提言>

- ・ 今後、本プロジェクトで材料開発を行った住友化学の他、デバイスメーカーなどと積極的に共同で開発を進めていく必要がある。その場合、NEDO の支援の元での開発であることから、国内のメーカーと優先的に技術提携されることを期待する。
- ・ 大画面ディスプレイも視野に入れたプロセスインテグレーションシステムの検討など、今後の方向性も妥当であると考ええる。
- ・ SP法による陰極の製膜は、X線が全く発生しないことから、今後の更なる開発が期待される。
- ・ 是非、実用化まで開発を進めてほしい。
- ・ デバイス性能の観点から、プロセス・設備に関する技術の方向性が明確にされた。量産技術につなげるための深耕をお願いしたい。
- ・ 間違いなく、「低コスト化」を目指した開発が最重要である。性能が高いだけでは、本当のインパクトとはいえない。
- ・ トップエミッション型で高生産性の装置開発が必要
- ・ 上記の繰返しになるが、より一般的な実用化用途には、まずは技術的に一層の完成度を上げること、次にコストターゲットを明確化することが不可欠である。
- ・ リソースに比較し、検討項目を広げすぎている印象が強い。項目の絞込みが必要である。

<その他の意見>

3. 評点結果

3. 1 プロジェクト全体



評価項目	平均値	素点 (注)							
		1	2	3	4	5	6	7	8
1. 事業の位置づけ・必要性	2.9	A	A	A	B	A	A	A	
2. 研究開発マネジメント	2.4	A	A	A	C	B	A	B	
3. 研究開発成果	2.6	A	A	B	B	A	A	B	
4. 実用化、事業化の見通し	2.1	B	A	A	C	C	A	B	

(注) A=3, B=2, C=1, D=0 として事務局が数値に換算し、平均値を算出。

<判定基準>

(1)事業の位置付け・必要性について

- ・非常に重要 →A
- ・重要 →B
- ・概ね妥当 →C
- ・妥当性がない、又は失われた →D

(2)研究開発マネジメントについて

- ・非常によい →A
- ・よい →B
- ・概ね適切 →C
- ・適切とはいえない →D

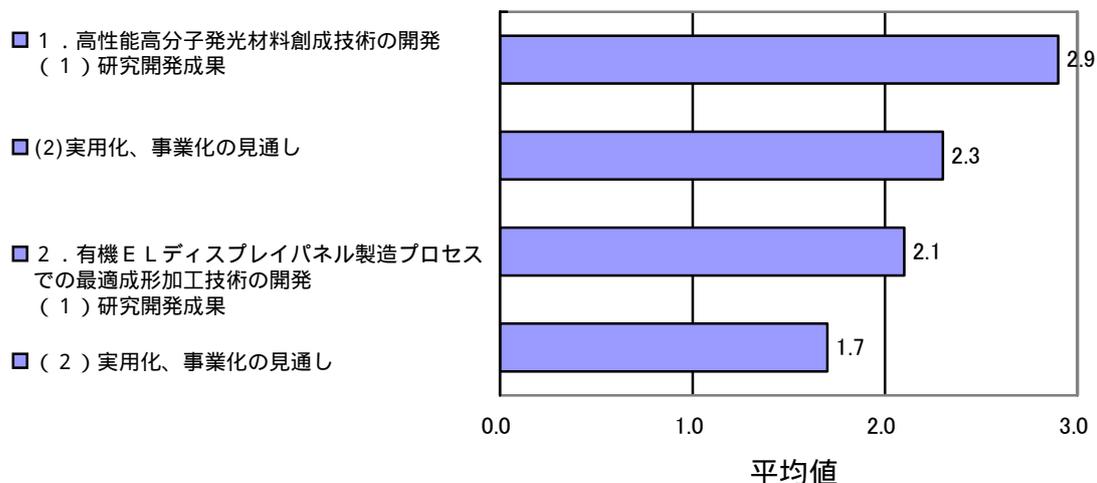
(3)研究開発成果について

- ・非常によい →A
- ・よい →B
- ・概ね妥当 →C
- ・妥当とはいえない →D

(4)実用化、事業化の見通しについて

- ・明確に実現可能なプランあり →A
- ・実現可能なプランあり →B
- ・概ね実現可能なプランあり →C
- ・見通しが不明 →D

3. 2 個別テーマ



個別テーマ	平均値	素点 (注)							
1. 高性能高分子発光材料創成技術の開発									
(1) 研究開発成果	2.9	A	A	A	B	A	A	A	
(2) 実用化、事業化の見通し	2.3	A	A	A	C	C	A	B	
2. 有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発									
(1) 研究開発成果	2.1	B	A	B	B	A	B	C	
(2) 実用化、事業化の見通し	1.7	B	A	B	C	C	B	C	

(注) A=3, B=2, C=1, D=0 として事務局が数値に換算し、平均値を算出。

< 判定基準 >

(1) 研究開発成果について

- ・ 非常によい →A
- ・ よい →B
- ・ 概ね妥当 →C
- ・ 妥当とはいえない →D

(2) 実用化、事業化の見通しについて

- ・ 明確に実現可能なプランあり →A
- ・ 実現可能なプランあり →B
- ・ 概ね実現可能なプランあり →C
- ・ 見通しが不明 →D

第2章 評価対象プロジェクト

1. 事業原簿

次ページに当該事業の推進部室及び研究実施者から提出された事業原簿を示す。

高度情報通信機器・デバイス基盤プログラム
地球温暖化防止新技術プログラム
「高分子有機 EL 発光材料開発プロジェクト」

事業原簿
(公開版)

担当部室	新エネルギー・産業技術総合開発機構 ナノテクノロジー・材料技術開発部
------	---------------------------------------

概要	i
プログラム・技術開発課題	iv
プロジェクト用語集	x iv
I. 事業の位置付け・必要性について	
1. NEDO の関与の必要性・制度への適合性.....	1
1.1 NEDO が関与することの意義.....	1
1.2 実施の効果（費用対効果）.....	2
II. 事業の背景・目的・位置づけ	
2.1 事業の背景.....	5
2.2 事業の目的.....	6
2.3 事業の位置付け.....	8
II. 研究開発マネジメント	
1. 事業の目標.....	10
2. 事業の計画内容.....	12
2.1 技術開発の内容.....	12
2.2 研究開発の実施体制.....	15
2.3 研究の運営管理.....	16
3. 情勢変化への対応.....	16
4. 中間評価結果への対応.....	17
5. 評価に関する事項.....	17
III. 研究開発成果について	
1. 事業全体の成果.....	18
2. 研究開発項目毎の成果.....	27
IV. 実用化、事業化の見通しについて.....	144

概要

	作成日		平成 18 年 3 月 1 日
プログラム (又は施策) 名	高度情報通信機器・デバイス基盤プログラム、地球温暖化防止新技術プログラム		
プロジェクト 名	高分子有機 EL 発光材料開発	プロジェクト番号	P03017
担当推進部/ 担当者	ナノテクノロジー・材料技術開発部 中村英博		
0. 事業の概要	<p>薄型ディスプレイの代表である液晶ディスプレイなどに対して、単純な構造で自発光する有機 EL が注目されている。バックライトが不要なことから、約 1 / 3 以上の大幅な低消費電力化に対応できる。この中で、高分子有機 EL 発光材料は、低分子系材料の後塵を拝しているが、将来には、壁掛けテレビだけでなく、ユビキタス時代に対応し、巻き取りして携帯できるほどに柔軟なディスプレイの実現においても、最有力候補の一つである。本プロジェクトは、その第一歩として、新規な高分子発光材料をとりあげる。高発光効率と長寿命化の両立をはかるとともに、各種周辺材料の設定を重点的に実施する。これらをプロセス技術と一体的に開発することによって、材料・プロセスを一体化したシステム技術として体系化する。対象製品は、薄型ディスプレイを製作するパネルメーカを顧客として想定し、インク化材料の他、インクジェット方式に対応したプロセス装置との一体的販売に可能性がある。パネル化については、大型化に対応して留まることのない膨大な真空系装置群を圧縮できる他、軽量化による輸送エネルギーの削減も期待できる。</p>		
I. 事業の位置付け・必要性について	<p>【NEDO が関与する意義】</p> <p>有機 EL ディスプレイは、自己発光の表示素子であり、かつ低電圧で、直流駆動が可能であることから、省エネルギー型次世代平面ディスプレイの一つとして期待が寄せられている。このため、本プロジェクトは、「革新的温暖化対策技術プログラム」の一環として実施し、地球温暖化対策推進大綱への寄与も十分に期待できる。特に、本プロジェクトにおける高分子有機 EL 発光材料は、大面積基板への対応や、素子構造の単純化が容易であることから、低コスト化に有利である他、薄型化やフレキシブル化に対応する高機能化にも貢献出来る有力候補である。このため、「次世代ディスプレイプログラム」の一環として実施することは適切であると考えられる。</p> <p>本プロジェクトでとりあげる高分子有機 EL 発光材料は、発光素子にして機能を発揮するが、材料特性と素子にした時の特性が必ずしも一致するものではない。このため、高分子有機 EL 発光材料の開発のみでは不十分で、周辺材料技術、プロセス技術を最適化する必要がある。</p> <p>そこで、本プロジェクトでは、従来の低分子有機 EL 発光材料に迫る高発光効率と長寿命特性を両立できる高性能高分子有機 EL 発光材料を創製する技術を構築することを目的とする。さらに、従来の低分子有機 EL 発光材料系素子の真空成形加工プロセスに迫る有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術を構築することを目的とする。</p> <p>この両目的を達成すれば、パネルメーカが受け入れやすく、置き換え需要のための開発だけでなく新規用途開発についても開発期間、投資などを大幅に圧縮できる。</p> <p>一方、次世代ディスプレイ技術は、情報通信分野の重点事項の一つとして、将来的に大幅な市場拡大が期待されるとともに、地球環境問題の観点から省エネ化が要求される重要な先端技術分野である。しかしながら、近年のアジア並びに基礎研究に強い欧米との国際競争の激化により、我が国において研究資源の戦略的な投入による更なる優位性の拡大が必要とされている。この意味からも、本事業に N E D O の関与が必要と考えられる。</p> <p>【実施の効果（費用対効果）】</p> <p>本プロジェクトを実施することにより、材料開発が産業創出へ寄与する売り上げ効果を見る。平成 18 年度の素子市場予測 1,448 億に対し、約 20 億円の売り上げが見込まれる。</p> <p>平成 22 年度には、素子市場は、2.5 兆円を超えることが予想され、少なくとも 300 億円以上が見積もれる。平成 18 年度には 20% の収益率で、4 億円、平成 22 年には 20% の収益率で、60 億円の収益も見込まれる。</p> <p>一方、本プロジェクトを実施することによりもたらされる装置開発が、産業創出へ寄与する売り上げ効果を見る。素子市場の形成前には、製造装置の投入が先行するため、18 年度の装置市場予測 100 億円に対し、15 億円の売り上げが見込まれる。22 年度には、装置市場は、750～1,700 億円が予想され、225～510 億円の売り上げを見通せる。3 年間の総助成額が 10 億円であることを考えると、もたらされる効果は充分であると考えられる。</p> <p>【事業の背景・目的・位置付け】</p> <p>有機 EL 発光素子は、低電圧・直流駆動、広視野角、高応答速度、省エネルギーなど、従来の表示素子にはない優れた特性を有する表示素子として注目されている。有機 EL 発光素子には発光層の材料により、低分子材料と高分子材料とがある。低分子材料と比較すると、高分子材料は、印刷プロセスが適用でき大面積基板化が容易である。また、低分子には見られない単層構造でも高い発光効率を示すことから、素子構造の単純化が期待できる。この 2 つの特徴から、低コスト化に有利であると注目されている。しかしながら、低分子系より 10 年近く遅れて研究が開始されたため、高性能の材料の開発が遅れている。その結果、プロセス、デバイス関連の開発も遅延している。このような背景にあっても、2002 年に黄色の発光素子がシェーバーの</p>		

表示部で実用化された。将来への期待から、赤、緑、青色発光材料が開発されているが、低分子と比較すると実用的な特性が不十分である。なかでも、青色材料の短寿命が大きな課題である。

高分子有機 EL 発光材料の国内の開発状況を特許出願でみると、大多数が低分子系材料であり、高分子材料に関しては、多くはない。

海外の開発状況を特許出願でみると、CDT (Cambridge Display Technology: 英)、Dow Chemical(米)、Covion(独)などがあり、その中で、Covion のみが、実用レベルの黄色材料を上市している。

助成事業者は、国内で先行して 20 年間近く共役系高分子をとりあげ、有機 EL への利用を検討して蓄積した技術と特許を有している。その一例として、次世代産業基盤技術研究開発制度（通産省 1981～1991）の下、導電性高分子の研究開発で開発されたポリマー p-フェニレンビニレンおよびその誘導体が導電性以外に、強い蛍光を発現したことから、高分子発光材料への展開を助成事業者内で研究してきたことがあげられる。

このため、国際的にみても十分な蓄積技術を有している。

一方、競争力の隘路として、共役系高分子発光材料、および高分子有機 EL 素子に関して、CDT の基本特許保有があげられる。助成事業者が材料開発をするに際し、ライセンスなどの手段により、問題とならないように対応済みである。それ以外の他社の特許に関しては、ポリフルオレン系の重合体に関するものが多く、範囲も限られている。以上から、本事業は、立脚する蓄積技術と知的財産権について国際競争力を十分に有している。

以上の背景を踏まえ、

本プロジェクトでは、大別して次の二つの目的を掲げる。

- 1) 高性能高分子発光材料創成技術の開発
- 2) 有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発

この目的を達成すれば、

高分子有機 EL 素子の優れた特性を生かし市場を拡大していくものと考えられる。次世代携帯情報端末(PDA等)や移動体通信機器向けの小型次世代平面ディスプレイとしての応用で立ち上がり、大型ディスプレイへと開発が進展し、市場を形成していくことが期待される。また、液晶ディスプレイや CRT と比較して、消費電力を数分の 1 にできる可能性もあり、12 インチディスプレイが 100 万台置き換えられると年間数万 k 以上の原油削減に貢献できる。以上の位置付けからも考えて本プロジェクトの実施は十分に妥当と考えられる。

この目的を達成するためには、プロセス評価も含めたシステムとの一体的取組が必要であることから、テーマ区分として、「高性能高分子発光創成技術の開発」と「有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発」を設け、前者を住友化学、後者をトッキが担当し、相互に協力して開発を進める。

II. 研究開発マネジメントについて

事業の目標	省エネルギー型次世代平面ディスプレイの一つとして期待されている有機 EL ディスプレイの早期実用化を目指す。このため、「高性能高分子発光材料創成技術の開発」においては、(1) 高発光効率と長寿命特性を両立する高性能高分子有機 EL 発光材料の開発、(2) 高性能高分子有機 EL 発光材料に最適な周辺材料の設定を目標とし、「有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発」については、(1) 最適成形加工技術の開発、(2) プロセスインテグレーションシステムの設計を目標とする。						
事業の計画内容	テーマ区分	主な研究開発実施事項	H15fy	H16fy	H17fy		
	高性能高分子発光創成技術の開発	高分子発光材料	青色	特性向上検討 →	量産化化検討 →	一層の高性能化 →	
緑色			材料開発(青色+発光ユニット) →	量産化検討 →	実用化検討・一層の高性能化 →		
赤色			材料開発(青色+発光ユニット) →	量産化検討 →	実用化検討・一層の高性能化 →		
プロセス適合性		青色インク →	→	→	緑・赤インク →		
光電変換材料など		材料・素子設計 →	→	→	双方向の実証 →		
有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適	高分子有機材料評価		基本材料性能評価(青色をベース) →	有機 EL 素子性能維持に必要な材料の管理項目/基準の明確化 →	有機 EL 素子性能維持に必要な材料の管理パラメータ制御の装置化対応の実現 →		
		20 cm角による要素技術開発		パネル製造のための基本データ収集 →	大型基板用装置に必要な固有の要素技術開発 →		

	成形加工技術の開発	大型基板用高分子有機 EL システム			大型基板用のプロセスインテグレーションシステムの提案 →	
開発予算 (会計・勘定別に事業費の実績額を記載) (単位:百万円)	会計・勘定		H15fy	H16fy	H17fy	総額
	一般会計					
	特別会計 (電多・高度化・石油の別)		222	574	501	1,297
	総予算額		222	574	501	1,297
開発体制	経済産業省担当原課		製造産業局 化学課			
	プロジェクトリーダー		助成は、設置しないが、研究全体の取り纏めは、住友化学 筑波研究所 光電材グループマネージャーの大西敏博氏とする。			
	助成先		住友化学株式会社 (平成 16 年 10 月、住友化学工業から社名変更) トッキ株式会社			
情勢変化への対応	NEDO 技術開発機構、実施者とも、研究開発の実施に関し、情報交換に努めるとともに、その取り組み方等を討議して、円滑な推進に協力する。これに基づき、パネルメーカーの評価を加速する目的で、2004 年度秋の加速財源および 2005 年度春の加速財源を追加助成した。インク材料の色目特性改良とミニマムバッチへの製造スケールアップ他、陰極形成時のダメージを低減対策などを図る。この加速で得られた成果を電子部の高効率デバイスにも提供して、設定課題をクリアするとともに、事業化に向けた基盤技術の確立をめざした。					
Ⅲ. 研究開発成果について	「高性能高分子発光材料創成技術の開発」においては、(1) 高発光効率と長寿命特性を両立する高性能高分子有機 EL 発光材料の開発、(2) 高性能高分子有機 EL 発光材料に最適な周辺材料の設定に関して、当初の目標を達成し、また、「有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発」においても、(1) 最適成形加工技術の開発、(2) プロセスインテグレーションシステムの設計に関して、当初の目標を達成した。					
Ⅳ. 実用化、事業化の見通しについて	青色発光をする高分子有機 EL 発光材料を核とし、インクジェット方式に適合したインク化技術と顧客である薄型ディスプレイのパネルメーカーに対して、開発に必要なミニマムバッチを安定供給可能な基盤技術を開発するほか、知的財産権でも世界トップの国際競争力を得た。実用化は、発光特性と寿命性能およびプロセスコストに対応したビジネスモデルの構築に依存するが、材料上市の見通しを得た。					
Ⅴ. 評価に関する事項	3 年プロジェクトであり、中間評価は実施せず、実施部の自己点検票に基づく進捗管理のみとした。					
Ⅵ. 技術課題に関する事項	作成時期	平成 15 年 3 月に有識者意見を元に、NEDO 技術開発機構が作成				
	変更来歴	平成 16 年 3 月、平成 15 年 10 月からの独立行政法人化に伴い、名称及び根拠法など改訂。				

高度情報通信機器・デバイス基盤プログラム

1. 目的

豊かな社会の実現を目指す高度情報通信ネットワーク社会の構築に向け、環境負荷の低減、実社会への適用及び普及促進のための技術の共通化・標準化等も考慮に入れながら、基盤となる情報通信機器・デバイス等の情報通信技術に関する研究開発を実施する。

2. 政策的位置付け

科学技術基本計画(2001年3月閣議決定)における国家的・社会的課題に対応した研究開発の重点化分野である情報通信分野、分野別推進戦略(2001年9月総合科学技術会議)における重点分野である情報通信分野に位置づけられるものである。また、産業発掘戦略ー技術革新(「経済財政運営と構造改革に関する基本方針2002」(2002年6月閣議決定)に基づき2002年12月取りまとめ)の情報家電・ブロードバンド・IT分野における戦略目標達成のための戦略的技術に対応するものである。

さらに、産業技術戦略(2000年4月工業技術院)における社会的ニーズ(経済社会の新生の基盤となる高度情報化社会の実現)への対応、革新的、基盤的技術(情報通信技術)に対応するものである。

加えて、e-Japan戦略II(2003年7月IT戦略本部)において、政府が推進すべき次世代の知を生み出す研究開発に対応するものである。

3. 目標

e-Japan戦略IIで目標として掲げている高度情報通信ネットワーク社会を支える情報通信機器・デバイス等に関する革新的な技術を確認し、その開発成果の普及を促進することによって、国民生活及び国民経済におけるIT利活用を促し、より豊かな国民生活及び経済活力基盤の向上を実現するとともに、我が国IT産業の活性化を図る。

4. 研究開発内容

[プロジェクト]

Ⅲ. IT利活用を促す情報家電等の高度化技術に関する研究開発

(9) 高分子有機EL発光材料プロジェクト(フォーカス21)(運営費交付金)

①概要

エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものであり、高分子発光材料の発光効率、寿命等の高度化を実現する材料創製技術と有機EL(電界発光)ディスプレイパネル製造プロセスでの成形加工技術の一体的研究開発を行う。これにより省エネ型次世代平面ディスプレイの一つとして期待されている有機ELディスプレイの早期実用化を目指す。

②技術目標及び達成時期

2005年度までに、携帯情報端末(PDA等)、移動体通信機器(カーナビゲーション)等に使用可能な小型有機ELディスプレイ用高分子発光材料等を開発する。

③研究開発期間

2003年度～2005年度

④中間・事後評価の実施時期

事後評価を2006年度に実施。

⑤実施形態

民間企業、大学、公的研究機関等から、最適な研究体制を構築し、実施。

5. 研究開発の実施に当たっての留意事項

事業の全部又は一部について独立行政法人の運営費交付金により実施されるもの（事業名に（運営費交付金）と記載したもの）は、中期目標、中期計画等に基づき、運営費交付金の総額の範囲内で、当該独立行政法人の裁量によって実施されるものである。

[フォーカス21の成果の実用化の推進]

フォーカス21は、研究開発成果を迅速に事業に結び付け、産業競争力強化に直結させるため、次の要件の下で実施。

- ・技術的革新性により競争力を強化できること。
- ・研究開発成果を新たな製品・サービスに結びつける目途があること。
- ・比較的短期間で新たな市場が想定され、大きな成長と経済波及効果が期待できること。
- ・産業界も資金等の負担を行うことにより、市場化に向けた産業界の具体的な取組が示されていること。

具体的には、成果の実用化に向け、実施者による以下のような取組を求める。

- ・高分子有機EL発光材料プロジェクト

事業費の1/2負担により、高分子発光材料の発光効率、寿命等の高度化の材料創製技術と有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの成形加工技術の一体的研究開発を行う。

6. プログラムの期間、評価等

プログラムの期間は2001年度～2007年度までとし、プログラムの中間評価を2004年度までに、事後評価を2008年度に行うとともに、研究開発以外のものについては2008年度に検証する。また、中間評価を踏まえ、必要に応じ基本計画の内容の見直しを行う。

7. 研究開発成果の政策上の活用

- ・プロジェクトの研究成果について、研究成果発表会、報告書、インターネット等を通じ、幅広く社会に提供するとともに、環境負荷の低減、実社会への適用を図る。特に民間で実施している研究開発プロジェクト「あすかプロジェクト」等、外部の研究開発プロジェクトや研究開発機関等と密接な連携をし、円滑な技術の移転を促進する。
- ・各プロジェクトで得られた成果のうち、標準化すべきものについては、適切な標準化活動（国際規格（ISO/IEC）、日本工業規格（JIS）、その他国際的に認知された標準の提案等）を実施し、標準化を通じて、研究開発成果の普及を促進する。特に、携帯情報機器用燃料電池技術開発については、その成果を積極的に活用する。

8. 政策目標の実現に向けた環境整備

[事業終了後の連携]

産学官連携の研究体制を通して活動を行い、これらの事業の終了後も各分野の研究者・技術者が有機的

に連携し、更に新たな研究を作り出す環境を構築する。

[人材育成]

出来る限り大学との連携を重視し、各種フェローシップ制度を活用しつつ、最先端の情報通信基盤研究現場への学生等の参画を推進することにより次世代の研究開発人材の育成を図る。

[関係機関との連携]

次世代半導体材料・プロセス基盤（MIRAI）プロジェクトについては、民間企業を中心にあすかプロジェクトとして、テクノロジーノード65nmに関する半導体プロセスの技術開発を実施しているところから、連携を十分に行うことにより、半導体の微細化を実現する。

9. 改訂履歴

- (1) 平成12年12月28日付け、情報通信基盤高度化プログラム基本計画を制定。
- (2) 平成14年2月28日付け、情報通信基盤高度化プログラム基本計画及び次世代半導体デバイスプロセス等基盤技術プログラム基本計画を制定。情報通信基盤高度化プログラム基本計画（平成12・12・27工総第12号）は廃止。
- (3) 平成15年1月31日付け、情報通信基盤高度化プログラム基本計画及び次世代半導体デバイスプロセス等基盤技術プログラム基本計画を制定。情報通信基盤高度化プログラム基本計画（平成14・02・25産局第17号）及び次世代半導体デバイスプロセス等基盤技術プログラム基本計画（平成14・02・25産局第18号）は、廃止。
- (4) 平成15年3月10日付け、情報通信基盤高度化プログラム基本計画、次世代半導体デバイスプロセス等基盤技術プログラム基本計画及び次世代ディスプレイ技術開発プログラム基本計画を制定。情報通信基盤高度化プログラム基本計画（平成15・01・29産局第1号）及び次世代半導体デバイスプロセス等基盤技術プログラム基本計画（平成15・01・29産局第2号）は、廃止。
なお、情報通信機器高度化プログラム基本計画（平成15・01・29産局第1号）及び次世代半導体デバイスプロセス等基盤技術プログラム（平成15・01・29産局第2号）の一部は、次世代ディスプレイ技術開発プログラム基本計画（平成15・03・07産局第4号）へ移行。
- (5) 平成16年2月3日付け、制定。情報通信機器高度化プログラム基本計画（平成15・03・07産局第14号）、次世代半導体デバイスプロセス等基盤技術プログラム基本計画（平成15・03・07産局第7号）及び次世代ディスプレイ技術開発プログラム基本計画（平成15・03・07産局第4号）は、本プログラム基本計画に統合することとし、廃止。
なお、情報通信基盤ソフトウェア推進プログラム基本計画（平成15・03・07産局第14号）の一部は、本プログラム基本計画へ移行。
- (6) 平成17年3月31日付け、制定。高度情報通信機器・デバイス基盤プログラム基本計画（平成16・02・03産局第1号）は廃止。

地球温暖化防止新技術プログラム基本計画

1. 目的

地球温暖化問題は我々の社会に与える影響の大きさや深刻さから、喫緊に対応すべき課題であり、大気中への温室効果ガス、特にその大半を占める二酸化炭素の排出抑制が求められている。そのため、エネルギーの消費を抜本的に改善する革新的技術開発及び二酸化炭素を分離回収・固定化、有用物質に変換する技術開発及び代替フロン物質を削減する技術開発を、総合的、効率的かつ加速的に推進し、その導入・普及を促進することにより、環境・エネルギー・経済のバランスのとれた持続可能な社会の構築を図る。

2. 政策的位置付け

科学技術基本計画（2001年3月閣議決定）における国家的・社会的課題に対応した研究開発の重点化分野である環境分野、分野別推進戦略（2001年9月総合科学技術会議）における重点分野である環境分野に位置づけられるものである。

地球温暖化対策推進大綱（2002年3月地球温暖化対策推進本部）における講ずべき地球温暖化対策である革新的な環境・エネルギー技術の研究開発の強化に位置づけられるものである。

「産業発掘戦略－技術革新」（「経済財政運営と構造改革に関する基本方針2002」（2002年6月閣議決定）に基づき2002年12月取りまとめ）の環境分野における戦略目標（環境・エネルギー技術のチャレンジを産業競争力の源泉に（技術のグリーン化））に対応するものである。

総合科学技術会議重点分野推進戦略専門調査会に設置された温暖化対策技術プロジェクトチームでまとめられた報告書「地球温暖化対策技術研究開発の推進について」（2003年4月総合科学技術会議）における研究開発推進戦略に対応するものである。

3. 目標

2010年時点において革新的エネルギー消費削減技術の導入・普及がなされ、京都議定書に定められた削減目標のうち0.6%分に寄与することを短期的な目標とする。更に、代替フロン物質の+2%抑制に寄与することも目標とする。また、より長期的な視点に立脚して、更なる削減を可能とする省エネルギー型社会の構築に向けた革新的エネルギー消費削減技術、CO₂固定化・有効利用技術及び代替フロン物質を削減する技術を確立する。これらの技術により、持続的な経済成長を確保することを可能とするとともに、世界でトップクラスの温暖化対策技術を有することによる産業競争力の確保を図る。

4. 研究開発内容

I. 革新的エネルギー消費削減技術

二酸化炭素の排出量を抑制するため、革新的なエネルギー消費削減技術を開発する。

(6) 高分子有機EL発光材料プロジェクト（フォーカス21）（運営費交付金）

①概要

エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものであり、高分子発光材料の発光効率、寿命等の高度化を実現する材料創製技術と有機EL（電界発光）ディスプレイパネル製造プロセスでの成形加工技術の一体的研究開発を行う。これにより省エネ型次世代平面ディスプレイの一つとして期待されている有機ELディスプレイの早期実用化を目指す。

②技術目標及び達成時期

2005年度までに、携帯情報端末（PDA等）、移動体通信機器（カーナビゲーション）等に使用可能な小型有機ELディスプレイ用高分子発光材料等を開発する。

③研究開発期間

2003年度～2005年度

④中間・事後評価の実施時期

事後評価を2006年度に実施

⑤実施形態

民間企業、大学、公的研究機関等から、最適な研究体制を構築し実施。

5. その他当該プログラムの実施に関する重要事項

- ・プログラム目標等については、京都議定書目標達成計画の制定に伴う対応を行う。
- ・各プロジェクトを横断的観点からマネジメントする体制を整備し、技術の進捗状況や社会情勢等を踏まえた適切な資源配分、技術成果のレビュー、普及施策の検討、実施すべき技術開発テーマ・領域・分野等の検討等を実施する。

6. 改訂履歴

(1) 平成14年2月28日付け制定。

(2) 平成15年3月10日付け制定。革新的温暖化対策技術プログラム基本計画（平成14・02・25産局第16号）は、廃止。

(3) 平成16年2月3日付け制定。革新的温暖化対策技術プログラム基本計画（平成15・03・07産局第18号）及びエネルギー環境二酸化炭素固定化・有効利用プログラム基本計画（平成15・03・07産局第19号）は、本プログラム基本計画に統合することとし、廃止。

(4) 平成17年3月31日付け制定。地球温暖化防止新技術プログラム基本計画（平成16・02・03産局第13号）は、廃止。

(高度情報通信機器・デバイス基盤プログラム)**再掲：地球温暖化防止新技術プログラム****高分子有機 EL 発光材料開発プロジェクト技術開発課題****1. 研究開発の目的・目標・内容****(1) 研究開発の目的**

次世代ディスプレイ技術は、情報通信分野の重点事項の一つとして、将来的に大幅な市場拡大が期待されるとともに、地球環境問題の観点から省エネ化が要求される重要な先端技術分野である。しかしながら、近年のアジア並びに基礎研究に強い欧米との国際競争の激化により、我が国において研究資源の戦略的な投入による更なる優位性の拡大が必要とされている。

また、我が国の温室効果ガス削減目標を達成するため、地球温暖化対策推進大綱が平成14年3月に改定され、この中で、革新的な環境・エネルギー技術と国民各界・各層の更なる努力で、1990年比2%の削減を達成することが定められている。

本プロジェクトは、京都議定書に定められた削減目標量の達成及びエネルギー消費を抑制しつつ持続的な経済成長を確保することを可能とする社会の構築を目標とする「地球温暖化防止新技術プログラム」の一環として実施するほか、高精細・低消費電力等の高機能なディスプレイを実現するために必要な基盤の技術及び新産業の芽となる技術の開発を目標とする「高度情報通信機器・デバイス基盤プログラム」の一環として実施するものである。

有機 EL ディスプレイは、自己発光の表示素子であり、かつ低電圧で、直流駆動が可能なため、視野角が広い、視認性が高い、応答速度が速いなどの、従来の表示素子にはない優れた特性を有し、次世代携帯情報端末 (PDA 等) や移動体通信機器 (カーナビ) 向けの省エネルギー型次世代平面ディスプレイの一つとして期待が寄せられている。有機 EL ディスプレイには発光層に用いられる材料により、低分子有機 EL 発光材料系素子と高分子有機 EL 発光材料系素子とがあるが、後者は、大面積基板への対応や、素子構造の単純化が容易であることから、低コスト化に有利であると言われている。

本プロジェクトでは、高性能 (高発光効率と長寿命特性を両立できる) 高分子有機 EL 発光材料創製技術、すなわち既存の非共役系および共役系高分子発光材料に比較して、発光効率と寿命特性に優れ、従来の低分子有機 EL 発光材料に迫る高発光効率と長寿命特性を両立できる高性能高分子有機 EL 発光材料を創製する技術を構築することを目的とする。そのために新規高分子有機 EL 発光材料の合成技術、精製技術、および量産化技術を開発する。さらに、有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの成形加工技術、すなわち、新規高分子有機 EL 発光材料に最適な各種成形加工プロセスおよびそれをシステム化することによって、従来の低分子有機 EL 発光材料系素子の真空成形加工プロセスに迫る高分子有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術を構築することを目的とする。そのために新規高分子有機 EL 発光材料に最適な製膜技術、陰極製膜技術、封止技術と成形加工装置、およびそのプロセスインテグレーションシステムを開発する。

本技術の開発により、省エネルギー型次世代平面ディスプレイの一つとして期待されている有機 EL ディスプレイの早期実用化を目指す。

本プロジェクトは、経済産業省において研究開発の成果が迅速に事業に結びつき、産業競争力強化に直結する「経済活性化のため研究開発プロジェクト (フォーカス 2 1)」と位置付けられており、次の条件の

もとで実施する。

- ・ 技術的革新性により競争力を強化できること。
 - ・ 研究開発成果を新たな製品・サービスに結びつける目途があること。
 - ・ 比較的短期間で新たな市場が想定され、大きな成長と経済波及効果が期待できること。
 - ・ 産業界も資金等の負担を行うことにより、市場化に向けた産業界の具体的な取組が示されていること。
- 具体的には、成果の実用化に向け、実施者による以下のような取組を求める。

事業費の1/2負担により、高分子発光材料の発光効率、寿命等の高性能化への材料創製技術と有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの成形加工技術の一体的研究開発を行う。

なお、適切な時期に、実用化・市場状況等について検証する。

また、本プロジェクト技術開発課題は、研究開発計画の策定にあたり次に示すワークショップおよび、ネットワークワークショップを開催し、関連技術分野における有識者の議論を反映したものである。

- ・ ディスプレイワークショップ（平成14年12月13日）
- ・ ネットワークワークショップ（平成15年2月5日～2月17日）

(2) 研究開発の目標

平成17年度までに、携帯情報端末（PDA等）、移動体通信機器（カーナビ）等に使用可能な小型有機ELディスプレイ用高性能高分子有機EL発光材料および有機ELディスプレイパネル製造プロセスでのその最適成形加工技術とプロセスインテグレーションシステムの一体的開発を行う。

個別研究開発の達成目標については、研究開発計画の記述に従う。

(3) 研究開発の内容

上記目標を達成するために、以下の研究項目について、研究開発計画に基づき研究開発を実施する。

①高性能高分子発光材料創製技術の開発

[技術開発計画]

イ. 技術開発の必要性

将来の大画面でフレキシブルな発光型ディスプレイには、印刷等、低コストで大面積基板に対応できる技術による成型加工が不可欠であり、高分子有機EL発光材料系素子はその可能性が一番大きい。すなわち、低分子有機EL発光材料系素子では、真空蒸着による製膜が必須であるため、マスクによる三原色ピクセルの配置精度に限界があり、大面積基板への対応が困難である。一方、高分子有機EL発光材料系素子は高精細かつ大面積の製膜が容易なインクジェット方式等の印刷技術を適用できるため大面積基板への対応が容易である。しかしながら、現状では、高分子有機EL発光材料は高発光効率と長寿命特性の両立が難しく、素子の実用化が遅れている。従って高分子有機EL発光材料系素子の実用化のためには、高発光効率と長寿命特性を両立できる高性能高分子有機EL発光材料の開発が必要である。

ロ. 技術開発の具体的内容

i) 高発光効率と長寿命特性を両立する高性能高分子有機EL発光材料の開発

高効率発光性と長寿命特性を両立できる新規高分子有機EL発光材料を創製するとともに、その合成技術と精製技術を開発する。また、量産スケールの製造プロセス技術を開発する。

ii) 高性能高分子有機EL発光材料に最適な周辺材料の設定

開発した高性能高分子有機 EL 発光材料の発光効率と長寿命特性を最大限に発揮させる、電荷注入材料、陰極材料、および封止材料を既存材料の中から選定・改質して設定する。

具体的には、開発した高性能高分子有機 EL 発光材料に直接積層でき、かつ、当該発光材料に持続的に正孔注入が可能な電荷注入材料、当該発光材料に持続的に電子注入が可能な陰極材料、および当該発光材料の発光特性をディスプレイモジュール中でも持続させるに十分な防水特性を有し、かつその発光特性に影響を与えない封止材料を設定する。

ハ．達成目標

i) 高発光効率と長寿命特性を両立する高性能高分子有機 EL 発光材料の開発

赤色、緑色、青色で合成する白色輝度が $150\text{cd}/\text{m}^2$ の時の発光効率が、赤色： $3\text{lm}/\text{W}$ 、緑色： $12\text{lm}/\text{W}$ 、青色： $5\text{lm}/\text{W}$ で、半減寿命*が 1 万時間以上の赤色、緑色、青色の新規高分子有機 EL 発光材料を開発する。また、年産 1 t レベルの量産を可能とする製造技術を確立する。

*：赤色、緑色、青色で合成される白色輝度が $150\text{cd}/\text{m}^2$ を達成できる、赤色、緑色、青色の初期輝度に対して、輝度が半減するまでの時間。

ii) 高性能高分子有機 EL 発光材料に最適な周辺材料の設定

高性能高分子有機 EL 発光材料をほとんど溶解しない溶媒に溶解でき、かつイオン化電位が 5.0eV から 5.5eV の間にある正孔注入材料、イオン化電位が 3.0eV 以下で、赤色、緑色、青色の発光材料に共通に適用できる陰極材料、および、透水率が $10^{-4}\text{g}/\text{m}^2 \cdot \text{日}$ 以下の封止材料を設定する。

②有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発

[技術開発計画]

イ．研究開発の必要性

高分子有機 EL 発光材料からなる素子は、低電圧駆動が可能で、しかも複雑な積層構造が不要であるという特長を有している。これらの特長は高分子有機 EL 発光材料が電荷輸送と発光の両機能を具備していることによるが、その特長を最大限に発揮させるための有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発は、当該発光材料が開発途上にある現状では緒についたばかりである。従って、従来の低分子有機 EL 発光材料系素子の真空成形プロセスに迫る新規高分子有機 EL 発光材料の最適成形加工技術の開発を促進する必要がある、また、当該技術の開発を効率的に進めるには当該材料と成形加工技術の一体的な協力体制の元に開発を進める必要がある。

ロ．技術開発の具体的内容

i) 最適成形加工技術の開発

開発された赤色、緑色、青色の高性能高分子有機 EL 発光材料の特性を最大限に発揮でき、かつ高い位置精度で製膜できる印刷技術、当該発光材料に持続的に電子注入が可能であり、かつ面内膜厚精度の高い陰極形成技術、当該発光材料の発光特性をディスプレイモジュール中でも持続させるに十分な防水特性を有し、かつ発光特性に影響を与えない封止技術を、その成形加工装置とともに開発する。

ii) プロセスインテグレーションシステムの設計

開発された一連の最適成形加工技術およびその装置をベースに、従来の低分子有機 EL 発光材料系素子の真空成形プロセスと同レベルのスループットを達成できるプロセスインテグレーションシステム

を設計する。

ハ. 達成目標

i) 最適成型加工技術の開発

開発された赤色、緑色、青色の高性能高分子有機 EL 発光材料をサイズ 70 x 90 cm 角以上の基板上に、5 μ m 程度の位置精度で製膜できる印刷技術、陰極材料を 1nm~1 μ m の厚みで $\pm 10\%$ 以内の精度で 2 層以上形成できる陰極形成技術、透水率が 10^{-4} g/m²・日以下で、発光特性に影響を与えない封止技術を開発する。

ii) プロセスインテグレーションシステムの設計

サイズ 20 x 20 cm 角以上の基板で、3 分/1 枚以上の速度で基板処理が可能なパネル試作ラインを構築して最適プロセスデータを取得する。それに基づき、70 x 90 cm 角以上の基板を使用することができる実ライン仕様のプロセスインテグレーションシステムを設計する。

2. 研究開発の実施体制

本研究開発は、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構（以下、「NEDO 技術開発機構」という。）が、原則、本邦の企業、研究組合、公益法人等の研究機関（原則、国内に研究開発拠点を有していること。ただし、国外企業の特別の研究開発能力、研究施設等の活用あるいは国際標準獲得の観点から国外企業との連携が必要な部分はこの限りではない。）から、公募によって研究開発実施者を選定する。

なお、実用化を目的とすることから、技術力を有する極力少数の企業等による役割分担の明確な開発体制が望ましい。

3. 研究開発の実施期間

本研究開発の期間は、平成 15 年度 (2003 年度) から平成 17 年度 (2005 年度) までの 3 年間とする。

4. 評価に関する事項

NEDO 技術開発機構は、技術的及び政策的観点から見た技術開発の意義、目標達成度、成果の技術的意義並びに将来の産業への波及効果等の観点から、外部有識者による技術開発の事後評価を平成 18 年度に実施する。なお、評価の時期については、当該研究開発に係る技術動向、政策動向や当該研究開発の進捗状況に応じて、前倒しする等、適宜見直すものとする。

5. その他重要事項

(1) 技術開発課題の変更

NEDO 技術開発機構は、研究開発内容の妥当性を確保するため、社会・経済的状況、内外の研究開発動向、政策動向等を総合的に勘案し、達成目標、実施機関、研究開発体制等技術開発課題の見直しを弾力的に行う。

(2) 根拠法

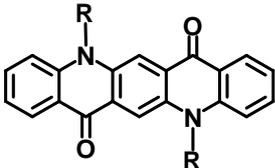
本プロジェクトは、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構法第 15 条第 1 項第 3 号に基づき実施する。

6. 技術開発課題の改訂履歴

- (1) 平成15年3月、制定。
- (2) 平成16年3月、独立行政法人化に伴い、名称及び根拠法等、改訂。

プロジェクト用語集

用語	用語説明
3重項発光材料	励起三重項状態から基底状態への遷移の際に発光を生じる発光材料
CDT 法	CDT (Cambridge Display Technology) 社が改良した鈴木重合法を用いたポリマー合成法
EL スペクトル	EL (electroluminescence) 素子に電圧を印加することで生ずる発光強度を波長に対してプロットしたもの
HOMO	Highest Occupied Molecular Orbital の略。最高占有分子軌道。
HOMO・LUMO ギャップ	HOMO と LUMO (最低非占有分子軌道) のエネルギー差で、光吸収に必要なエネルギーを示す。
ITO	インジウム・スズ酸化物 (Indium Tin Oxide) の略称。透明で伝導性がある金属酸化物であるため、液晶ディスプレイや有機 EL 素子などの表示素子に使用される。
LUMO	Lowest Unoccupied Molecular Orbital の略。最低非占有分子軌道。
OLED	Organic Light-emitting Diode (有機発光ダイオード) の略称。有機材料を用いた電界発光素子。
PEDOT	ポリ (エチレンジオキシチオフェン) の略で、ドーパントとしてポリスチレンスルホン酸を用いた複合体。有機 EL 素子では正孔注入層に用いられる。
PLED	Polymer Light Emitting Diode の略。有機 EL 素子で高分子を発光材料に用いたものを呼ぶ。
PL スペクトル	発光材料に HOMO・LUMO 以上のエネルギーを有する光を照射することで、励起状態を生成させたのち、励起状態から生ずる発光 (photoluminescence) のスペクトルのこと。
PL 強度	PL (photoluminescence) の強度のこと。
RGB	光の三原色である赤色 (Red)、緑色 (Green)、青色 (Blue) の英語表記の頭文字を並べたもの。ディスプレイでは1画素中に R、G、B 各色の画素が配列しており、R、G、B の発光強度比を変えることにより様々な発光色を作り出すことができ、フルカラー映像を得ることができる。
TFT	Thin Film Transistor (薄膜トランジスター) の略号。液晶ディスプレイや有機 EL 素子のサブピクセルをスイッチングさせるときに用いる
UV	紫外線 (Ultraviolet Ray の略号) で一般的には200~400nmの波長の光を呼ぶ。
アクティブマトリックス素子	1画素のRGBのサブピクセルをTFT(Thin Film Transistor)でスイッチングする表示方式を有するディスプレイ。
アニオンラジカル	中性の分子が電子を一つ受け取った状態。負電荷を有しかつ開核構造の電子状態を有する。有機 EL 素子では、発光層が陰極から電子を受け取ったときにアニオンラジカル状態をとる。
アルカリ土類金	ベリリウム(Be)、マグネシウム (Mg)、カルシウム (Ca)、ストロンチウム (Sr)、

属	バリウム (Ba)、ラジウム (Ra) の総称
イオン化電位	イオン化ポテンシャルともいう。孤立した基底状態にある原子または分子から 1 個の電子を無限遠 (真空準位) に引き離すのに要するエネルギー。近似的には有機分子が形成する HOMO 準位から真空準位までのエネルギー差とも言える。
インクジェット方式	インクをノズルから、ピエゾ素子などにより吐出して、紙または基板上にインクのドットを形成する方式を言う。有機 EL 発光材料ではインク化された発光材料等、インクの微細な粒子を基板上に任意の場所に規則正しく吐出することによって、RGB の各色を微細に塗り分けることができるため、ディスプレイの高精細化が可能である。また、大型の基板にも対応することができ、大画面のディスプレイを作製することができる。
インクフォーミュレーション検討装置	高分子有機 EL 発光材料を基板に塗布するためには、塗布装置や塗布条件に応じたインク (有機 EL 材料を溶媒に溶かしたもの) を調整 (フォーミュレーション) しなければならない。インク調整にはインク濃度、粘度、ノズルからの吐出特性等のインク特性を測定する。それを行う装置。
インターレイヤー	正孔注入層と発光層の間に設けられた薄膜を言い、陽極から正孔注入層が受け取った正孔を発光層へ輸送する役割を担う。また、電子をブロックする作用や発光層中の励起状態の消光を抑制する作用を有するとされている。
カチオンラジカル	中性の分子が電子を一つ失った状態。正電荷を有しかつ開核構造の電子状態を有する。有機 EL 素子では、発光層が電子を陽極へ渡したときにカチオンラジカル状態をとる。
キナクリドン	 <p>上記化学構造を有する顔料の一種。有機 EL では緑色の蛍光色素として使用されている。</p>
電荷注入材料	有機 EL 発光材料と電極との間にはエネルギー障壁 (電極の仕事関数と有機 EL 発光材料の HOMO、LUMO 準位の差) が存在し電荷の注入が抑制される。発光材料と電極の中間のエネルギー準位をもつ材料をその間に挿入することで、電荷の注入が促される。そのような物質を電荷注入材料と呼ぶ。
クロスカップリング反応	二つの反応基質 A,B を反応させるとき、異なる基質 A と B とで結合を形成する反応
サイクリックボルタンメトリー法	酸化・還元反応を電気化学的に研究する手段であり、材料の酸化・還元する電位を中心として、一定の電位範囲で電位を掃引することで、酸化・還元による電流を測定する。物質に関する電気化学的な反応速度定数や酸化還元電位等を得ることができる。
シート抵抗	単位面積当たりの抵抗値のこと。単位: Ω/\square , Ω/sq が主に用いられ、表面抵抗率とも言う。
ジブロモ体モノ	二つの臭素原子がポリマーの骨格となるモノマー構造に導入されたものの総称

マー	
シャドウマスク	陰極配線金属製膜時に、発光層パターンまで形成した基板上の所定位置に陰極配線パターンを形成するためにこのパターンと同形状の開口されたパターンを有するメタルハードマスク。開口パターン以外位置の陰極材料がメタルマスクで遮蔽されてパターンが形成されない為この名前がついた。
スパッタ法	低圧気体中の金属を加熱するとき、原始が気体中に発散し、付近の物体面に付着する現象を用い、金属薄膜を作製する方法
ダウケミカル法	ダウケミカル社が改良した鈴木重合法を用いたポリマー合成法
デブリ	レーザー加工時に発生する陰極材料の加工部から飛散した残骸
ドットマトリックスパネル	格子状にピクセルが配置されたパネル
トップエミッション型	ガラス基板（陽極）側から光を取り出すのではなく、上面（陰極）側から光を取り出す構造
ドロス	レーザー加工時に発生する加工エッジ部の熔融金属やバリ
バイポーラ素子	正孔、電子の両方の電荷が流れる素子。通常の有機EL素子はこの素子に相当する。
パッシブマトリックス型素子	ドットマトリクスにおいて、ピクセルを駆動するコラム(列)とロウ(行)の電極を設け、電極の端にあるドライバーから信号電極と走査電極に電圧を同時にかけて、電極間に挟まれている有機層に電流を流すことで表示する素子。
バリア性	ガスバリア性のこと。酸素、水などの気体が浸透しないよう遮断する性質をいう。有機EL素子は水や酸素に活性な金属を陰極に使用するため、素子を不活性ガスで覆い、空気を遮断する必要がある。
ハロゲン誘導体	一つあるいはそれ以上のハロゲン原子が有機化合物中に導入されたものの総称
フェムト秒ファイバーレーザー	エルビウムを添加したファイバーレーザーによるフェムト秒パルス発振器とファイバー増幅器を組み合わせた高エネルギーパルスレーザー
ヘテロ接合界面	異物質を接合させた際に形成される界面
ポリアリーレンビニレン系	アリーレン基とビニレン基とが結合した繰り返し単位からなる構造を有する高分子化合物の総称
ポリアリーレン系	アリーレン基の繰り返しからなる構造を有する高分子化合物
マスク	有機材料や電極材料を任意のパターンに蒸着する際に用いる遮蔽パターンを持つ板。シャドウマスクともいう。また、基板上に電極のパターンなどを形成するためのフォトリソグラフィに用いられるパターンに応じた光を遮光する板のことをフォトマスクという。
マスクレス加工技術	フォトマスクやシャドウマスクに形成したパターンを利用して陰極配線を形成するのではなく、パターンマスクを使用せずに、コンピュータ制御により所望の配線パターンを直接描画法によりパターン形成する加工法

陰極材料	有機EL素子において、陰極に用いる電極の材料。通常、仕事関数の小さい金属、Liなどのアルカリ金属やCa、Baなどのアルカリ土類金属やLiF等の誘電材料薄膜が用いられる。さらに、Al等の金属と積層することが一般的である。
攪拌効率	反応容器中の反応試剤を攪拌して混合する際の効率のこと。溶媒に有機溶媒と水を使用した場合の液/液二相系や、有機溶媒に固体の無機塩基などを使用した場合の固/液二相系においては、攪拌効率が反応の速度に大きく影響を及ぼす。
基板（バンク）	有機EL発光素子を形成するための基になる板。通常はガラスが用いられる。また、フレキシブルにするためにプラスチックフィルムなども用いられる場合がある。さらに、インクジェット方式で発光材料を基板へ塗布する場合、サブピクセルにインクを精度よく着弾させるために、土手（バンク）を形成しておく。
輝度	特定の方向における単位面積あたりに放射される光度の概念であり、人間の感じる量を表す心理物理量のひとつで、放射輝度に視感度をかけたものである。単位は「cd（カンデラ）/m ² 」で示す。数値が高いほど、画面表示は明るくなる。
輝度半減寿命	一定の電圧、あるいは電流で駆動させている発光素子において、最初に測定した発光輝度に対して輝度が半分になるまでの時間。
共役系高分子有機EL発光材料	ポリマーの主鎖骨格に沿って非局在 π 電子対が存在している高分子を発光材料として用いることを特徴とする有機EL発光材料
駆動寿命	有機EL素子では、ある条件にて駆動した時、注目している発光特性が初期値から一定の値に減少した時間と呼ぶ。発光特性は、輝度や色度等が選ばれる。
高分子有機EL発光材料	有機ELディスプレイ、有機EL照明などに用いられる発光材料で、繰り返し単位が一定数以上結合した構造を持つ高分子のものを言う。高分子系では共役系と非共役系の構造の物がある。高分子有機EL発光材料は一般に溶媒に可溶であり、インク（液状）状態にできるため、インクジェットや印刷法による膜形成が可能であり、大面積の基板上に均一な膜厚の高分子薄膜を作製できる特徴を持つ。さらに電荷輸送性を有する繰り返し単位と共重合することで、発光以外の特性を兼ねた材料とすることができる。
再結合確率	有機EL素子において、陽極から注入された正孔と陰極から注入された電子が発光層中の分子上で、励起子を生成する確率。再結合確率が高いほど発光効率が高くなる。
最低3重項励起状態	多電子系の多重項状態の1つで、全スピン量子数Sが1の状態であり、最も低いエネルギー準位を有する励起状態。
三原色ピクセル	ピクセル（pixel）とはディスプレイで画像を表示するときの最小単位で、色情報（色調や階調）を持つ画素のこと。カラー画像において、一つのピクセルは、赤、緑、青（RGB）の三原色の輝度から成り立っている。通常、ディスプレイでは3つに分割されたRGB各色のサブピクセルをあわせて1ピクセルとしている。
山本重合	ハロゲン化合物同士をモノマーとして用い、配位子を持つNiを重合剤に用いて反応する重合法。
酸化重合	芳香族系化合物が酸化剤により酸化的に、重合する過程を用いた重合法
仕込み時間	反応容器に原料、溶媒、触媒などの反応試剤を仕込むのに要する時間。
仕事関数	金属や半導体の表面から、一個の電子を真空準位に取出すのに必要な最小のエネ

	ルギー。
時間分解スペクトル測定	物理的観測量の強度の時間に対する変化として展開することで、対象物の過渡的物性を調べる科学的手法
次世代携帯情報端末 PDA	個人用の携帯情報端末で Personal Digital Assistant=PDA である。手のひらサイズの電子機器で、パソコンのもつ機能を実装したものをいう。表示装置や外部との接続端子を搭載し、通信機能を持ち、どこからでもアクセスし、情報を得ることができる。
消光中心	蛍光や燐光を発している物質中に、発光過程と競争する過程を強める、もしくは、励起エネルギーを吸収することで、発光の量子収率を減少させる作用を有するものを言う。物質や会合状態が消光中心となりうる。
鈴木重合	ハロゲン化合物とホウ酸基を有する化合物が、配位子を持つ Pd を触媒金属とし、助触媒に無機塩基を用いて反応する重合法。
色純度 CIE	CIE (Commission Internationale de l' Eclairage : 国際照明委員会) が定めた色に関する測定の標準で、単色光と特定の白色光とを加法混色して試料の色と等しくなったときの単色光の刺激 (光の強度) と、この特定の白色光の刺激との比のことをいう。
触媒仕込み法	反応容器に触媒を仕込むときの方法。仕込むときの温度、仕込んだ後の攪拌時間、他の反応試剤との仕込む順番、などによる違いによって、触媒活性に影響を与えることがあることから、反応によって種々の仕込み方法を検討する必要がある。
正孔オンリー素子	有機 EL 素子において、陰極・陽極を選択することにより、正孔のみが素子内を流れるように作製された素子
正孔注入材料	陽極から電荷輸送層または発光層への正孔の注入を促進する材料
正孔注入性	陽極から正孔注入層、正孔注入層から発光層など、ある層から別の層への正孔の注入のしやすさ
線欠陥	ドライバやその実装にリーク電流等の問題があり、駆動単位で線状に不具合が発生すること。
相関移動触媒	触媒物質と反応物質が異なる相にあり、反応物質が 2 つの相 (例えば水相と有機溶媒相) の間を移動しつつ反応サイクルの進行する触媒
単電荷素子	電子オンリー素子、正孔オンリー素子の総称。それぞれの項を参照のこと。
長寿命特性	有機 EL 素子において駆動寿命が長時間である特性。有機 EL において長寿命特性が優れていれば、長期間使用しても画面の明るさを保つことができる。
低分子有機 EL 発光材料	有機 EL ディスプレイ、有機 EL 照明などに用いられる発光材料のことで、分子量が比較的小さいものは低分子有機 EL 発光材料と呼ばれている。分子構造上、他分子との結合が弱く固体でしか存在出来なく、通常溶媒に溶けにくいいため真空蒸着による膜形成が用いられている。電荷注入・輸送性、発光性などの機能を持たせた膜を積層した素子構造が主流となっている。
抵抗加熱製膜法	材料を置いた蒸着源を加熱し、蒸着物質を蒸発させる薄膜成長法
電荷バランス	有機 EL 素子における電極から注入される正孔と電子の量の比のこと。有機 EL 素子の発光効率に影響を与える因子の一つ。正孔と電子の量が等しい場合高効率な発光が得られる可能性がある。

電荷注入・輸送材料	有機 EL 発光素子において、電極から電荷を受け取り、発光層に輸送する機能を持つ材料を言う。電荷注入と電荷輸送にそれぞれ優れた材料を使い分けることも行われる。
電子オンリー素子	有機 EL 素子において、陰極・陽極を選択することにより、電子のみが素子内を流れるように作製された素子
電子ビーム蒸着法	真空蒸着法によって、蒸着物質を加熱する方法であり、加熱されたフィラメントから飛び出した電子を高電圧で加速することで、蒸着物質を加熱する薄膜成長法
透水性	水蒸気透過率（透湿率）ともいう。単位面積・時間あたりあたりの膜中を透過する水分の量。単位は $g/(m^2 \cdot 24hr)@1atm$ 。有機 EL 素子に用いている封止特性を表す指標にもなっている。通常、有機 EL 素子では $\sim 10^{-6}g/(m^2 \cdot 24hr)$ 程度が要求される。
熱刺激電流法	低温からの昇温過程で試料内の電荷の動きを計測し、熱エネルギーから高分子中の電荷トラップ準位に関する情報を得る方法。
発光効率	電気から光への変換する効率を言い、電子から光子（%）、電気エネルギーから光エネルギーへの変換(W/W)が用居られるが、実用的には電流効率 (cd/A) と電力効率（単位電力あたりの全光束 lm/W）で現す場合もある。発光層中での変換（内部変換効率）と、素子の外に取り出し、実際に測定できる光への変換（外部変換効率）に区別される。
発光素子	電気エネルギーを光に変換することで表示する素子のことで、液晶ディスプレイのような非発光型素子とは区別される。プラズマディスプレイや発光ダイオード、有機 EL、フィールドエミッションが知られている。
封止材料、封止技術	有機 EL 素子は酸素や水分により劣化する性質を持つことから、水分等を透過させない（バリア性）物質で閉じ込める必要がある。通常は、金属缶、ガラスなどに UV で硬化する樹脂を塗布し、中に乾燥剤をいれ基板と接着し密封する。有機層/無機層多層膜などを利用して、直接基板上にバリア性を持つ封止膜を形成する技術も考案されている。
分子軌道法	分子の電子状態を論ずる近似法の 1 つ。
芳香族アミン	ベンゼンその他の芳香族炭化水素の誘導体とみなされるアミンをいう。
有機 EL ディスプレイ	直流電圧をかけると発光する有機化合物を利用したディスプレイ。発光する有機化合物として低分子有機 EL 発光材料と高分子有機 EL 発光材料を用いるタイプがある。有機 EL ディスプレイは低電力で高い輝度を得ることができ、視認性、応答速度、寿命、消費電力の点で優れている。
誘導体	ある化合物に対し小部分の構造上の違いを有する化合物
溶媒精製装置	溶媒中の水分や微粒子などの不純物を除去するための装置。高分子有機 EL 発光材料等の有機合成には水分を嫌う場合もあり、精製が必要な場合がある。またインクに用いる溶媒の中に微粒子等が含まれると、素子ショートの原因にもなりうる。
量子収率	電子や光子などの同種あるいは異種の量子間の変換の効率を言う。蛍光の場合には、励起状態を生成するのに吸収された光子と発光された光子の比率を言う。
燐光性発光材料	燐光、即ちスピン多重度の異なる励起状態から基底状態に戻る際に発光する材

	料。
励起子	半導体や絶縁体の中で、電子と正孔の対を形成して、一個の中性粒子として運動する状態を言う。

I. 事業の位置付け・必要性について

1. NEDOの関与の必要性・制度への適合性

1.1 NEDOが関与することの意義

有機 EL ディスプレイは、自己発光の表示素子であり、かつ低電圧で、直流駆動が可能のため、視野角が広い、視認性が高い、応答速度が速いなどの、従来の表示素子にはない優れた特性を有し、次世代携帯情報端末（PDA 等）や移動体通信機器（カーナビ）向けの省エネルギー型次世代平面ディスプレイの一つとして期待が寄せられている。

本プロジェクトは、京都議定書に定められた削減目標量の達成及びエネルギー消費を抑制しつつ持続的な経済成長を確保することを可能とする社会の構築を目標とする「地球温暖化防止新技術プログラム」の一環として実施することに適合している。また、我が国の温室効果ガス削減目標を達成するため、地球温暖化対策推進大綱が平成14年3月に改定され、この中で、革新的な環境・エネルギー技術と国民各界・各層の更なる努力で、1990年比2%の削減を達成することが定められている。この大綱にも寄与できるものと考えられる。

有機 EL ディスプレイには発光層に用いられる材料により、低分子有機 EL 発光材料系素子と高分子有機 EL 発光材料系素子とがあるが、本プロジェクトにおける高分子有機 EL 発光材料は、大面積基板への対応や、素子構造の単純化が容易であることから、低コスト化に有利である他、薄型化やフレキシブル化に対応する高機能化にも貢献出来る有力候補でもある。このため、高精細・低消費電力等の高機能なディスプレイを実現するために必要な基盤的技術及び新産業の芽となる技術の開発を目標とする「高度情報通信機器・デバイス基盤プログラム」の一環として実施することに適合している。

以上に述べた、国家的課題は、個々の企業の経済的な観点に基づく自主的努力に単純に任せる分野ではなく、国家として主体的に進めることが重要であり、省エネルギー技術、産業技術の両分野は、従来から NEDO 技術開発機構がこれまで支援・蓄積してきた知識、実績を生かし、推進すべき課題である。

一方、本プロジェクトでとりあげる高分子有機 EL 発光材料は、発光素子にはじめて機能を発揮するが、材料特性と素子にした時の特性が必ずしも一致するものではない。これは、薄膜形成加工を経由することや、正孔注入材料や陰極材料との組み合わせなども影響している。このため、高分子有機 EL 発光材料の開発のみでは不十分で、周辺材料技術、プロセス技術を最適化する必要がある。そこで、本プロジェクトでは、新規高分子有機 EL 発光材料の合成技術、精製技術、および量産化技術を開発することによって、高発光効率と長寿命特性を両立できる高性能の高分子有機 EL 発光材料創製技術、すなわち既存の非共役系および共役系高分子発光材料に比較して、発光効率と寿命特性に優れ、従来の低分子有機 EL 発光材料に迫る高発光効率と長寿命特性を両立できる高性能高分子有機 EL 発光材料を創製する技術を構築することを目的とする。さらに、有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの成形加工技術、すなわち、新規高分子有機 EL 発光材料に最適な各種成形加工プロセスおよびそれをシステム化することによって、従来の低分子有機 EL 発光材料系素子の真空成形加工プロセスに迫る有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術を構築することを目的とする。

この両目的を達成すれば、パネルメーカーが受け入れやすく、置き換え需要のための開発だけでなく新規用途開発についても開発期間、投資などを大幅に圧縮できる。これにより、創成される次世代ディスプレイ分野は、情報通信分野の重点事項の一つとして、将来的に大幅な市場拡大が期待される。しかしながら、近年のアジア並びに基礎研究に強い欧米との国際競争の激化に対応するため、我が国において

研究資源の戦略的な投入による更なる優位性の拡大が必要とされている。この意味からも、本事業はNEDO技術開発機構の関与が必要と考えられる。

1.2 実施の効果（費用対効果）

本プロジェクトでは、国家的課題である地球温暖化防止と、持続的な経済成長を両立させるため、世界でトップクラスの温暖化防止技術に寄与することを念頭に、高分子有機 EL 発光材料の特性を最大限に発揮する新技術を確立して、国際競争力の確保を図ることを目的としている。本プロジェクトにおいて開発目標が達成されると以下の省エネルギー効果等が期待される。

省エネルギー効果量：	2010年度	33,612KL（原油）／年
	2020年度	65,707KL（原油）／年
	2030年度	124,853KL（原油）／年

CO ₂ 排出削減量	：	2010年度	8.9万トン／年
		2020年度	17.4万トン／年
		2030年度	33万トン／年

1.2.1 プロジェクトの規模

技術開発期間：2003年度～2005年度

技術開発予算：国 1,183百万円
民間 1,183百万円

1.2.2 市場規模の見通し

本プロジェクトでの対象市場であるディスプレイの国内市場規模について以下のとおり試算した。
(社)電子情報技術産業協会(JEITA)の統計によると平成11年から平成13年の3年間でパソコン用ディスプレイ(ノート型、デスクトップ型)の出荷台数が約3300万台出荷されている。そのうちの約94%(3100万台)が国内向けであることから、単年度平均では約1000万台が国内向けの出荷台数として見積もることができる。さらに、同統計によるとテレビは年間約900万台の出荷台数が報告されている。従って、現在の年間ディスプレイ出荷台数(パソコン用、テレビ用)は約2000万台である。有機ELディスプレイは高分子系材料と低分子系材料との間で激しい開発競争が行われているものの、現状では実用化前の検討段階にある。これら有機材料を用いた素子は平成17年からLCDやCRTを代替することで、市場が大きく拡大するものと予想されていたが、今なお、プラズマディスプレイおよび液晶ディスプレイの衰えは見られず、現在のところ、有機ELディスプレイは、顕著な市場を形成するには至っていない。しかしながら、携帯機器などで、低分子系材料から立ち上がり、その後、製造プロセスの容易さから、高分子系材料に移行していくものと予測している。諸々の不確定要素はあるものの、有機ELディスプレイにおける高分子系の占有率を、本試算においては、70%と仮定した。今後のディスプレイの動向はCRTをはじめ、プラズマディスプレイや液晶ディスプレイも漸減し、徐々に、有機ELディスプレイへと移行する。そして、2011年以降のアナログ放送中止前に、パソコン用、テレビ用の買い換えの需

要増大が期待される。その移行率（ディスプレイ総数中に占める有機ELの割合）を50%（2010年）、60%（2020年）、70%（2030年）と仮定した。ディスプレイ分野の成長率は、2010年から2030年までは5%（年率）の成長を続けると仮定した。（成長率は、光産業技術振興協会“有機ELテクノロジーマップ報告書”を参考にした）さらに、その一部が有機ELへと置き換わると予想（高分子系有機ELディスプレイの占有率）し以下の試算を行った。

ディスプレイ台数（パソコン用+テレビ用）× ディスプレイの成長率 × 有機ELディスプレイの普及率 × 有機ELディスプレイ中の高分子有機ELの占有率から、

$$2010年度 \quad 2000 \text{万台} \times (1.05)^9 \times 0.5 \times 0.7 = 1086 \text{万台}$$

$$2020年度 \quad 2000 \text{万台} \times (1.05)^{19} \times 0.6 \times 0.7 = 2123 \text{万台}$$

$$2030年度 \quad 2000 \text{万台} \times (1.05)^{29} \times 0.7 \times 0.7 = 4034 \text{万台}$$

1.2.3 省エネルギー及び二酸化炭素排出量削減効果の試算

本プロジェクトは、「新世代の平面ディスプレイ」の高効率の高分子有機EL発光材料・部材を開発するものであり、従来のディスプレイの単位面積あたりの表示に要する消費電力を、プラズマディスプレイや液晶ディスプレイに対しては1/3～1/10、CRTに対しては、1/20以下にするものと想定した。また、置き換えディスプレイサイズのミニマムを12インチと想定した。したがって、

ある単年度における省エネ効果＝高分子有機ELディスプレイの総数 × 年間の使用時間 × 代替率 × 削減率

と見ることが可能となる。12インチディスプレイでの消費電力量を基に計算される省エネルギー効果は、液晶ディスプレイの平均的な消費電力が11W、CRTの消費電力が20Wでありこれらのディスプレイの消費電力を16W（平均値）とする。一方、高分子有機ELが1Wの消費電力と想定されていることから約15Wの消費電力低減となる。（各ディスプレイでの消費電力量はパイオニア社試算：ITフォーラム（2002年1月30日）での講演要旨集を参考）

1台あたりの消費電力削減量は1日に12時間使用すると

$$15\text{W} \times 12\text{時間} \times 365\text{日} \div 1000 = 65.7\text{kWh}$$

総合エネルギー統計平成13年度版（資源エネルギー庁長官官房総合政策課編）より原油換算すると、

$$65.7\text{kWh} \times 860\text{kcal/kWh} \div 9126\text{kcal/l} = 6.191$$

したがって、

$$2010\text{年度時点のエネルギー消費抑制量} \quad 1086 \text{万台} \times 6.19 = 67,223 \text{ k1/年}$$

$$2020\text{年度時点のエネルギー消費抑制量} \quad 2123 \text{万台} \times 6.19 = 131,414 \text{ k1/年}$$

$$2030\text{年度時点のエネルギー消費抑制量} \quad 4034 \text{万台} \times 6.19 = 249,705 \text{ k1/年}$$

以上のとおり、算出した結果に対し 成功率として、補助率が50%であることから50%と設定し

た。

以上の想定その他、プロセスにおける製造エネルギーの低減、および製品の薄型化による大幅な軽量化に伴う輸送エネルギーの低減などは割愛した。

換算係数は、以下を使用した。

電力消費のカロリー換算値	: 8 6 0 kcal/kWh
原油発熱量	: 9 1 2 6 kcal/l
CO ₂ 換算	: 2 6 5 0 Kg/l

II. 事業の背景・目的・位置づけ

2.1 事業の背景

2.1.1 社会的背景

地球温暖化問題は、我々の社会に与える影響の大きさや深刻さから、喫緊に対応すべき課題である。大気中への温室効果ガス、特にその大半を占める二酸化炭素の排出抑制が求められているが、その発生源は、人類の経済活動に伴うエネルギー消費であり、地球温暖化問題への対応は、持続的な経済成長やエネルギーの安定供給という課題も同時に配慮し、取り組むことが必要である。そのため、エネルギーの消費を抜本的に改善することにより二酸化炭素の排出抑制に資する技術開発を総合的、効率的かつ加速的に推進し、その導入・普及を促進することにより、環境・エネルギー・経済のバランスがとれた持続可能な社会の構築を図ることが求められている。以上の観点から、ディスプレイ製品に係る事業分野でも省エネ、二酸化炭素の排出抑制に繋がる技術として高分子有機 EL 発光材料の技術開発に取り組むこととした。

2.1.2 技術的背景

有機 EL 発光素子は、低電圧・直流駆動が可能であり、視野角が広い、視認性が高い、応答速度が速い、省エネルギーなど、従来の表示素子にはない優れた特性を有した表示素子として注目されている。有機 EL 発光素子には発光層に用いられる材料により、低分子材料と高分子材料とがある。前者は、早くから研究が開始されており、開発が先行している。2003 年にデジタルカメラ用のディスプレイに本格的なフルカラーディスプレイとして採用された。しかし、予想されたより、その開発は遅れており、その要因として、赤、緑、青のピクセルを真空蒸着マスクで塗り分けることが困難であったと言われている。まだ、その困難さが克服されたとは言えない状況である。一方、高分子材料は、印刷プロセスが使えることから、大面積基板への対応が容易である。また、低分子には見られない単層構造でも高い発光効率を示すことから、素子構造の単純化が期待できる。この 2 つの特徴から、低コスト化に有利であると注目されている。しかしながら、低分子系より 10 年近く遅れて研究が開始されたため、高性能の材料の開発が遅れている。その結果、プロセス、デバイス関連の開発も遅延している。この様な背景にあっても、2002 年に黄色の発光素子がシェーバーの表示部で実用化された。将来への期待から、赤、緑、青色発光材料が開発されているが、低分子と比較すると実用的な特性が不十分である。なかでも、青色材料の短寿命が大きな課題である。

高分子有機 EL 発光材料の国内の開発状況を特許出願でみると、大多数が低分子系材料であり、高分子材料に関しては、多くはない。昭和電工が複素環系材料や 3 重項発光材料をとりあげ、豊田中央研究所が不飽和の主鎖を有する材料、フルオレン系の材料を取り上げている。富士写真フィルムはほとんどが低分子系だが、高分子材料も散見される。その他、TDK、東京工業大学が複素環系共役系高分子材料に関して複数出願している。

海外の開発状況を特許出願でみると、Cambridge Display Technology (CDT) (英)、Dow Chemical(米)、Covion(独)があり、いずれもポリフルオレン系の材料を基本骨格としている。Covion のみは、ポリフェニレンビニレン系の材料も開発しており、実用レベルの黄色材料を上市している。

助成事業者は、国内で先行して 20 年間近く共役系高分子をとりあげ、有機 EL への利用を検討して蓄積した技術と特許を有している。その一例として、次世代産業基盤技術研究開発制度（通産省 1981

～1991)の下、導電性高分子の研究開発で開発されたポリー p-フェニレンビニレンおよびその誘導体が導電性以外に、強い蛍光を発現したことから、高分子発光材料への展開を助成事業者内で研究してきたことがあげられる。

このため、国際的にみた優位性として以下があげられる。

- 1) 独自構造の骨格からなる青色高分子発光材料を保有 (寿命は約 4000 時間@初期輝度 100cd/m²)
- 2) 共役系高分子材料の合成・精製技術の蓄積
- 3) 不活性一貫装置等による自社内での素子化・評価技術の蓄積
- 4) ポリアリーレンビニレン系 (橙色～青緑) からポリアリーレン系 (赤色～青色) まで幅広い材料に関する特許出願
- 5) 上記技術に基づき、材料設計、材料合成、材料評価、素子評価・解析のサイクルによる迅速なスクリーニング技術を保有。

一方、競争力の隘路として、共役系高分子発光材料およびそれらを用いた高分子有機 EL 素子に関して、CDT がいくつかの重要な特許を保有しているが、助成事業者が材料開発をするに際し、ライセンスなどの手段により、問題とならないように対応済みである。それ以外の他社の特許に関しては、ポリフルオレン系の重合体に関するものが多く、範囲も限られていることから、本事業は、立脚する蓄積技術と知的財産権について国際競争力を十分に有している。

2.2 事業の目的

ディスプレイは、携帯機器、ビデオカメラ、パソコン、テレビ、車載パネル等広範囲に使用されており、2004 年度段階で、薄型テレビの市場は 6 兆円に達し、半導体産業 25 兆円の約 4 分の 1 まで成長をしてきた。その中で、年間 1 億 8 千万台を数える家庭用テレビの薄型ディスプレイ比率はわずか 7% 前後である。薄型ディスプレイへの置き換え需要だけでなく、各種デバイス・システムの新機能を取り込んで成長を遂げてきた携帯電話についても同様で、2004 年度段階で 6 億台以上の市場であるが、今後、デジタルハイビジョンテレビ機能が搭載され、高精細な薄型ディスプレイが全機種必要になる。さらに、究極のディスプレイといわれる電子ペーパーも登場し、日常生活で身近な新聞・広告・書籍のディスプレイ化も進めば、膨大な市場が形成される。本プロジェクトでは、このような最終製品を念頭に、薄型化、高速応答性、カラー化に有利な高分子有機 EL ディスプレイをとりあげ、大別して次の二つの目的を掲げる。

2-2-1 高性能高分子発光材料創製技術の開発

- ① 高発光効率と長寿命特性を両立する高性能高分子有機 EL 発光材料の開発
- ② 高性能高分子有機 EL 発光材料に最適な周辺材料の設定

2-2-2 有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発

- ① 最適成形加工技術の開発
- ② プロセスインテグレーションシステムの設計

この目的を達成すれば、市場は、有機 EL 素子の優れた特性を生かしその規模を拡大していくものと考えられる。低分子有機 EL 市場が先行していくが、大型基板への対応や構造も簡単な高分子有機 EL 発光材料は低コスト化にも有利であることから、次世代携帯情報端末(PDA 等)や移動体通信機器向けの小型次世代平面ディスプレイとしての応用で立ち上がり、大型ディスプレイへと開発が進展し、市場を形成していくことが期待される。また、液晶ディスプレイや CRT と比較して、消費電力を数分の 1 にできる可能性もあり、12 インチディスプレイが 100 万台置き換えられると年間数万 k 1 以上の原油削減に貢献できる。なお、これらは、不確定要素も多々あるので、製造プロセスの省エネルギー化、運搬における省エネルギー化を割愛するなど、最小限見積もれる確実な値として掲げている。

2.2.1 高性能高分子発光材料創製技術の開発

現在、有機 EL といえば低分子系材料が主流であるが、大面積化に好適な材料として印刷やインクジェット方式に有利な高分子有機 EL をとりあげ、出発材料の候補として共役系高分子を中心とした技術開発を進める。ただし技術開発は、低分子材料系から 10 年の後塵をかぶり、巻き返す覚悟が必要である。このため、市場で認知され受け入れられる目標に絞って開発を進めることが不可欠となる。そこで下記の 2 つの技術開発を進める。

①高効率発光性と長寿命特性を両立できる新規高分子有機 EL 発光材料を創製するとともに、その合成技術と精製技術を開発する。また、量産スケールの製造プロセス技術を開発する。

②開発した高性能高分子有機 EL 発光材料の発光効率と長寿命特性を最大限に発揮させる、電荷注入材料、陰極材料、および封止材料を既存材料の中から選定・改質して設定する。

具体的には、開発した高性能高分子有機 EL 発光材料に直接積層でき、かつ、当該発光材料に持続的に正孔注入が可能な電荷注入材料、当該発光材料に持続的に電子注入が可能な陰極材料、および当該発光材料の発光特性をディスプレイモジュール中でも持続させるに十分な防水特性を有し、かつその発光特性に影響を与えない封止材料を設定する。

2.2.2 有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発

材料段階での発光特性と発光素子にしたとき発光特性は、必ずしも一致しない、プロセス履歴や表示素子系内でのばらつきなども評価しなければならない。また、有機材料を将来薄型化しかつ、曲面や巻き取りなどデザイン性能などの用途を視野にいれる必要となる。このため、発光材料へのダメージを抑制して量産化に対応できる陰極形成技術、高精度な膜封止技術など、システムとして一体的に開発を進める必要がある。そこで、次の 2 つの技術開発を進める。

①最適成形加工技術の開発

開発された赤色、緑色、青色の高性能高分子有機 EL 発光材料の特性を最大限に発揮でき、かつ高い位置精度で製膜できる印刷技術、当該発光材料に持続的に電子注入が可能であり、かつ面内膜厚精度の高い陰極形成技術、当該発光材料の発光特性をディスプレイモジュール中でも持続させるに十分な防水

特性を有し、かつ発光特性に影響を与えない封止技術を、その成形加工装置とともに開発する。

②プロセスインテグレーションシステムの設計

開発された一連の最適成形加工技術およびその装置をベースに、従来の低分子有機 EL 発光材料系素子の真空成形プロセスと同レベルのスループットを達成できるプロセスインテグレーションシステムを設計する。

2.3 事業の位置付け

本技術開発は、経済産業省が策定した「革新的温暖化対策技術プログラム」の一環として、平成 15 年度にスタートした。この「革新的温暖化対策技術プログラム」は科学技術基本計画（平成 13 年 3 月閣議決定）における国家的・社会的課題に対応した研究開発の重点化分野である環境分野、分野別推進戦略（平成 13 年 9 月総合科学技術学会議）における重点分野である環境分野に位置付けられるものである。また、産業技術戦略（平成 12 年 4 月工業技術院）における社会的ニーズ（環境と調和した経済社会システムの構築）への対応、革新的、基盤的技術（エネルギー・環境技術）の涵養への対応を図るものである。

さらに、地球温暖化対策推進大綱（平成 10 年 6 月地球温暖化対策推進本部）における講ずべき地球温暖化対策である革新的な環境・エネルギー技術の研究開発の強化に位置付けられるものである。

2.3.1 高性能高分子発光材料創製技術の開発

将来の大画面でフレキシブルな発光型ディスプレイには、印刷等、低コストで大面積基板に対応できる技術による成型加工が不可欠であり、高分子有機 EL 発光材料系素子はその可能性が一番大きい。すなわち、低分子有機 EL 発光材料系素子では、真空蒸着による製膜が必須であるため、マスクによる三原色ピクセルの配置精度に限界があり、大面積基板への対応が困難である。一方、高分子有機 EL 発光材料系素子は高精細かつ大面積の製膜が容易なインクジェット方式等の印刷技術を適用できるため大面積基板への対応が容易である。しかしながら、現状では、高分子有機 EL 発光材料は高発光効率と長寿命特性の両立が難しく、素子の実用化が遅れている。従って高分子有機 EL 発光材料系素子の実用化のためには、高発光効率と長寿命特性を両立できる高性能高分子有機 EL 発光材料の開発が必要である。そして、これらの材料開発は、パネルメーカーに受け入れが可能な範囲で、材料特性と安定供給を確保する要素技術の確立が重要であり、それらの要素技術の位置付けは次の通りである。

①高発光効率と長寿命特性を両立する高性能高分子有機 EL 発光材料の開発

高効率発光性と長寿命特性を両立できる新規高分子有機 EL 発光材料を創製するとともに、その合成技術と精製技術を開発し、量産スケールの製造プロセス技術を開発することは、材料を提供する先の薄型ディスプレイ開発メーカーにおける技術開発への投資負担や開発期間を圧縮に効果があり、材料供給を安定化するために不可欠な技術開発である。

②高性能高分子有機 EL 発光材料に最適な周辺材料の設定

開発した高性能高分子有機 EL 発光材料の発光効率と長寿命特性を最大限に発揮させる、電荷注入材料、陰極材料、および封止材料を既存材料の中から選定・改質して設定する。

具体的には、開発した高性能高分子有機 EL 発光材料に直接積層でき、かつ、当該発光材料に持続的に正孔注入が可能な電荷注入材料、当該発光材料に持続的に電子注入が可能な陰極材料、および当該発光材料の発光特性をディスプレイモジュール中でも持続させるに十分な防水特性を有し、かつその発光特性に影響を与えない封止材料を設定する。これにより、システム的に一体的に評価した材料と周辺材料との最適化も、材料や最適システムを提供する先の薄型ディスプレイ開発メーカーにおけるシステム設計に対する負荷低減や開発期間を圧縮に効果があり、不可欠な技術開発である。

2.3.2 有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発

高分子有機 EL 発光材料からなる素子は、低電圧駆動が可能で、しかも複雑な積層構造が不要であるという特長を有している。これらの特長は高分子有機 EL 発光材料が電荷輸送と発光の両機能を具備していることによるが、その特長を最大限に発揮させるための有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発は、当該発光材料が開発途上にある現状では緒についたばかりである。従って、従来の低分子有機 EL 発光材料系素子の真空成形プロセスに迫る新規高分子有機 EL 発光材料の最適成形加工技術の開発を促進する必要がある。また、当該技術の開発を効率的に進めるには当該材料と成形加工技術の一体的な協力体制の元に開発を進める必要がある。この一体的な協力体制の下、材料特性性能を保証できる最適プロセスだけでなく、低コスト化といった競争力を確保するために、製造方法のスループットを従来技術に対抗できるものとする要素技術の確立が重要であり、それらの要素技術の位置付けは次の通りである。

①最適成形加工技術の開発

開発された赤色、緑色、青色の高性能高分子有機 EL 発光材料の特性を最大限に発揮でき、かつ高い位置精度で製膜できる印刷技術、当該発光材料に持続的に電子注入が可能であり、かつ面内膜厚精度の高い陰極形成技術、当該発光材料の発光特性をディスプレイモジュール中でも持続させるに十分な防水特性を有し、かつ発光特性に影響を与えない封止技術を、その成形加工装置とともに開発する。材料開発を支援するだけでなく、パネル化までを視野にいたした加工技術を開発して、パネルメーカーの開発立ち上げの負担を大幅に軽減できるものとして不可欠な技術開発である。

②プロセスインテグレーションシステムの設計

開発された一連の最適成形加工技術およびその装置をベースに、従来の低分子有機 EL 発光材料系素子の真空成形プロセスと同レベルのスループットを達成できるプロセスインテグレーションシステムを設計する。具体的には、サイズ 20 x 20 cm 角以上の基板で、3分/1枚以上の速度で基板処理が可能なパネル試作ラインを構築して最適プロセスデータを取得する。これに伴う技術開発は、実ライン仕様のプロセスインテグレーションシステムを設計するのに、不可欠な技術開発である。

II. 研究開発マネジメント

1. 事業の目標

本プロジェクトの目標は、省エネルギー型次世代平面ディスプレイの一つとして期待されている有機 EL ディスプレイの早期実用化を目指すものである。このため、①高性能高分子発光材料創製技術の開発と②有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発について技術開発を実施する。表 II.1-1 及び表 II.1-2 に示す。

表 II.1-1 高性能高分子発光材料創製技術の開発目標および設定根拠

	目標	設定根拠
事業全体	<p>高分子有機 EL 発光材料は高発光効率と長寿命特性の両立が難しく、素子の実用化が遅れているものの、大面積化に有利な高分子有機 EL 発光材料を取り上げ、実用化できる高性能高分子有機 EL 発光材料を開発する。具体的には、以下の通り。</p> <p>(1) 高効率発光性と長寿命特性を両立できる新規高分子有機 EL 発光材料を創製するとともに、その合成技術と精製技術を開発する。また、量産スケールの製造プロセス技術を開発する。</p> <p>(2) 開発した高性能高分子有機 EL 発光材料の発光効率と長寿命特性を最大限に発揮させる、電荷注入材料、陰極材料、および封止材料を既存材料の中から選定・改質して設定する。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 将来の大画面でフレキシブルな発光型ディスプレイには、印刷等、低コストで大面積基板に対応できる技術による成型加工が不可欠。 低分子有機 EL 発光材料系素子では、真空蒸着による製膜が必須であるため、マスクによる三原色ピクセルの配置精度に限界がある。 高分子有機 EL 発光材料系素子は、高精細かつ大面積の製膜が容易なインクジェット方式等の印刷技術を適用できるため、はその可能性が一番大きい。 現状では、高分子有機 EL 発光材料は高発光効率と長寿命特性の両立が難しく、素子の実用化が遅れている。 薄型パネルメーカーへの設計・開発・投資などの負担を軽減するとともに、材料の安定供給を図ることが不可欠。
高発光効率と長寿命特性を両立する高性能高分子有機 EL 発光材料の開発	<p>赤色、緑色、青色で合成する白色輝度が 150cd/m² の時の発光効率が、赤色：3 lm/W、緑色：12 lm/W、青色：5 lm/W で、半減寿命*が 1 万時間以上の赤色、緑色、青色の新規高分子有機 EL 発光材料を開発する。また、年産 1 t レベルの量産を可能とする製造技術を確認する。</p> <p>*：赤色、緑色、青色で合成される白色輝度が 150cd/m² を達成できる、赤色、緑色、青色の初期輝度に対して、輝度が半減するまでの時間。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 顧客が必要とする RGB それぞれについて、最小限の輝度と寿命を満足することが不可欠。 年間を通じての安定供給が不可欠。
高性能高分子有機 EL 発光材料に最適な周辺材料の設定	<p>高性能高分子有機 EL 発光材料をほとんど溶解しない溶媒に溶解でき、かつイオン化電位が 5.0eV から 5.5eV の間にある正孔注入材料、イオン化電位が 3.0eV 以下で、赤色、緑色、青色の発光材料に共通に適用できる陰極材料、および、透水率が 10⁻⁴ g/m²・日以下の封止材料を設定する。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 発光効率を確保するために、発光材料に影響しない有機溶媒や正孔注入層の選定は不可欠。 陰極プロセスを大幅に短縮するために、共通陰極材料の選定は不可欠。 デザイン性や、信頼性を確保するために目標の最低限を満足する膜封止材料が不可欠。

表 II.1-2 有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発および設定根拠

	目標	設定根拠
事業全体	<p>高分子有機 EL 発光材料からなる素子は、低電圧駆動が可能で、しかも複雑な積層構造が不要であるという特長を有している。これらの特長は高分子有機 EL 発光材料が電荷輸送と発光の両機能を具備していることによるが、その特長を最大限に発揮させるため最適成形加工技術の開発を促進する必要があり、具体的には、</p> <p>(1) 開発された赤色、緑色、青色の高性能高分子有機 EL 発光材料の特性を最大限に発揮でき、かつ高い位置精度で製膜できる印刷技術、当該発光材料に持続的に電子注入が可能であり、かつ面内膜厚精度の高い陰極形成技術、当該発光材料の発光特性をディスプレイモジュール中でも持続させるに十分な防水特性を有し、かつ発光特性に影響を与えない封止技術を、その成形加工装置とともに開発する。</p> <p>(2) 開発された一連の最適成形加工技術およびその装置をベースに、従来の低分子有機 EL 発光材料系素子の真空成形プロセスと同レベルのスループットを達成できるプロセスインテグレーションシステムを設計する。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 製造プロセスでの最適成形加工技術の開発は、従来の低分子有機 EL 発光材料系素子の真空成形プロセスに迫る新規高分子有機 EL 発光材料の開発が不可欠。 当該技術の開発を効率的に進めるには当該材料と成形加工技術の一体的な協力体制の元に開発を進める必要が不可欠。
最適成形加工技術の開発	<p>開発された赤色、緑色、青色の高性能高分子有機 EL 発光材料をサイズ70 x 90 cm 角以上の基板上に、5 μm 程度の位置精度で製膜できる印刷（インクジェット）技術、陰極材料を 1nm~1 μm の厚みで±10%以内の精度で 2 層以上形成できる陰極形成技術、透水率が 10⁻⁴ g/m²・日以下で、発光特性に影響を与えない封止技術を開発する。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 大面積化を検証する上で、インクジェット位置精度の見通しを得る必要がある。 大面積化を検証する上で、陰極材料の膜厚ばらつきを抑制できる見通しを得る必要がある。 デザイン性や、信頼性を確保するために目標の最低限を満足する膜封止技術が不可欠である。
プロセスインテグレーションシステムの設計	<p>サイズ20 x 20 cm 角以上の基板で、3分/1枚以上の速度で基板処理が可能なパネル試作ラインを構築して最適プロセスデータを取得する。それに基づき、70 x 90 cm 角以上の基板を使用することができる実ライン仕様のプロセスインテグレーションシステムを設計する。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 生産効率を考慮した処理を想定したプロセスデータの取得が不可欠である。 実ライン仕様のプロセスインテグレーションシステム設計は不可欠である。

2. 事業の計画内容

2.1 技術開発の内容

2.1.1 技術開発計画

①高性能高分子発光材料創成技術の開発

新規薄型ディスプレイを目指すパネルメーカーに、受け入れやすい材料とするために、高効率発光性と長寿命特性を両立できる新規高分子有機 EL 発光材料を開発し、信頼性ととも安定供給できるインク化技術を開発する。また、ディスプレイが置き換え需要よりも新規機能で市場を開拓してきた背景を鑑み、光電変換材料について、材料・素子設計から検討し、双方向機能の実証を目指す。なお、研究開発の計画では、材料とプロセスは、両輪であり密接な関係があることから、高性能高分子発光材料創製技術を確立し、体系化するために、「高性能高分子発光材料創成技術」をテーマ区分とし、その下に次の3つの実施事項を設けた。

イ.高分子発光材料

青色に発光する新規高分子発光材料を核とし、緑、赤についても並行して、量産化、実用化に必要な高性能化を図る。

ロ. プロセス適合性

インクジェットのプロセスに適合したインク化技術を開発するとともに、パネルメーカーが開発に必要なミニマムバッチを安定できるインク量産化技術を確立する。

ハ. 光電変換材料など

小型スキャナーや接写カメラなどユビキタス時代に対応した市場を想定し、光電変換材料について、材料・素子設計から検討し、双方向機能の実証を目指す。

表Ⅱ2.1.1 (1) -1 に「高性能高分子発光材料創成技術の開発」に関する全体事業および個別要素事項の技術開発計画の概要と新規性・独自性・アピールポイントを示す。

表Ⅱ2.1.1(1)-1 高性能高分子発光材料創成技術の開発の技術開発計画内容の概要

	技術開発計画の概要	新規性・独自性・アピールポイント
高性能高分子発光材料創成技術の開発全体事業	<p>【高分子発光材料】 青色に発光する新規高分子発光材料を核とし、緑、赤についても並行して、量産化、実用化に必要な高性能化を図る。</p> <p>【プロセス適合性】 インクジェットのプロセスに適合したインク化技術を開発するとともに、パネルメーカーが開発に必要なミニマムバッチを安定供給できるインク量産化技術を確立する。</p> <p>【光電変換材料など】 小型スキャナーや接写カメラなどユビキタス時代に対応した市場を想定し、光電変換材料について、材料・素子設計から検討し、双方向機能の実証を目指す。</p>	<p>【高分子発光材料】 高分子有機 EL 素子を用いたフルカラーパネルに必要な青、緑、赤の各色についてプロジェクト目標を大きく上回る特性を有する高分子発光材料を開発することが出来た。また、量産化、実用化に必要な、量産技術を構築することが出来た。</p> <p>【プロセス適合性】 インクジェットに最適な溶媒とプロセスを探索した結果、赤、緑、青各色の高分子発光材料をインク化し、高精度でかつ均一に塗付ける技術を確立することが出来た。</p> <p>【光電変換材料など】 双方向機能を有する素子を作成し、その可能性について実証することが出来た。</p>
高分子発光材料	<p>・まずは、高効率発光と長寿命特性の両立が可能な青色発光材料の創製を行う。</p>	<p>・独自に見出した材料設計の指針や解析技術を確立することで、プロジェクト目標を大きく上回る</p>

	<p>ついで、この青材料をもとに、高性能な緑、赤色材料を開発する。</p> <ul style="list-style-type: none"> ・赤、緑、青各色に共通に使用可能な周辺材料を設定する。 ・開発した高分子発光材料の事業化、実用化可能な量産技術（1Kg/バッチ）を確立する。 	<p>高分子発光材料を開発することができた。高分子発光材料では、世界最高レベルの特性を有する。今後の材料特性の進展に大きく寄与する要素技術を確立することが出来た。</p> <ul style="list-style-type: none"> ・高分子発光材料の特性を引き出す、赤、緑、青色、各色共通で使用が可能な、正孔注入材料や陰極材料などの周辺材料を設定することが出来た。 ・量産化検討を行い1Kg/バッチの量産体制を構築し、安定供給が可能であることを実証した。
プロセス適合性	<ul style="list-style-type: none"> ・まずは、開発した高分子青色材料のインク化検討を行う。 ・次いで、赤、緑材料のインク化検討を行う。 ・開発したインクを用いて、高分子発光材料のプロセス適合性を実証する。 	<ul style="list-style-type: none"> ・インクジェット特性と溶媒の相関関係を把握し、プロセスに適合するRGBのインクを開発した。また、薄膜を形成する基板作成のプロセスを検討し、高精度で均一な製膜技術を確立することが出来た。 ・高分子有機EL素子を用いたドットマトリクスフルカラーディスプレイを試作し、開発した高分子発光材料のプロセス適合性を実証することが出来た。
光電変換材料など	<p>委託研究（大阪大学：横山教授）と共同で、双方向機能を実証し、新規市場開拓の可能性を示す。</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・世界で初めて高分子材料による双方向機能の原理確認ができた。 ・2次元画像の入力に対し、パターンを保持して出力できることを確認した。 ・入力光に対して、10^6の光電流増倍の出力を得た。 ・新規市場開拓の可能性を示すことが出来た。

②有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発

上記のテーマ区分で得られた高分子発光材料を、さらに、新規薄型ディスプレイを目指すパネルメーカーに、受け入れやすい材料とするために、陰極材料形成においてもダメージが少なく高効率発光性と長寿命特性を両立できることを実証できるように、システムインテグレートされたプロセス技術を開発する。なお、研究開発の計画では、材料評価とプロセス構築は、両輪であり密接な関係があることから、有機ELディスプレイパネル製造プロセスを確立し、体系化するために、「有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発」をテーマ区分とし、その下に次の3つの実施事項を設けた。

イ. 高分子有機発光材料評価

有機EL素子性能維持に必要な材料の管理パラメータ制御の装置化対応の実現を図る。

ロ. 20 cm角による要素技術開発

パネル製造のための基本データ収集し、大型基板用装置に必要な固有の要素技術を開発する。

ハ. 大型基板用高分子有機ELシステム

大型基板用のプロセスインテグレーションシステムを提案する。

表Ⅱ.2.1.1 (2) -1に「有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発」に関する全体事業および個別要素事項の技術開発計画の概要と新規性・独自性・アピールポイントを示す。

表Ⅱ.2.1.1 (2) -1 有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発の技術開発計画内容の概要

	技術開発計画の概要	新規性・独創性・アピールポイント
有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発 全体事業	<p>【高分子有機材料評価】 有機 EL 素子性能維持に必要な材料の管理パラメータ制御の装置化対応の実現を図る。</p> <p>【20 cm角による要素技術開発】 パネル製造のための基本データ収集し、大型基板用装置に必要な固有の要素技術を開発する。</p> <p>【大型基板用高分子有機 EL システム】 大型基板用のプロセスインテグレーションシステムを提案する。</p>	有機 EL 材料、加工プロセス、加工装置の複合技術の最適化を図ることにより、高性能有機 EL ディスプレイパネル製造が可能になる。本プロジェクトの材料メーカーと装置メーカーとの共同開発事業という利点を最大限に生かし、相互に密な連携を図ることにより、非常に効率的な開発が可能となる。
高分子有機材料評価	新規装置を開発するにあたり、高分子発光材料性能をデバイス特性として把握しておく事は非常に重要である。そのため高分子発光材料用簡易タイプの回転製膜装置を導入し 10mm 角の有機 EL 素子を形成通して材料評価を実施する。(電圧/電流/輝度/効率 特性)	有機 EL 素子は、高分子発光材料、周辺材料、加工装置、評価装置、製造環境、等の複合技術で成り立っている。特に高分子材料と加工装置の相性を考慮に入れ、開発を推進する事は極めて効率的である。
20 cm角による要素技術開発	<p>【ダメージレス製膜技術開発】 抵抗加熱製膜法で陰極製膜し、形成した高分子有機 EL 素子と同等以上の素子性能を確保でき且つ基板の大型化が可能である製膜法を開発する。</p> <p>【マスクレス加工技術開発】 大型基板用装置において高生産性でランニングコストの低減を可能にする加工技術を開発する。</p>	大型基板用装置で高分子有機 EL 素子を製造する際の最重要テーマと考えられるダメージレス製膜技術とマスクレス加工技術に的を絞って開発をすすめた。本開発では、有機 EL 素子へのダメージの抑制、生産性の向上はもちろんであるが、地球温暖化防止対策も念頭において開発を進める。
大型基板用高分子有機 EL システム	住友化学で開発した高性能高分子発光材料をインクジェットにより製膜を実施し、トッキで開発したダメージレス製膜技術やマスクレス加工技術を利用し、高分子有機 EL 素子形成を通して有機 EL 製造プロセスの有効性を実証評価する。	住友化学で開発した高性能高分子発光材料をインクジェット製膜装置に適合するようにアレンジし、インクジェット製膜したサンプルにトッキで開発したダメージレス製膜技術およびマスクレス製膜技術を施し、インテグレーションシステムの有効性を評価する。更に高性能高分子材料発光材料と膜封止装置との相性についても実証する。 これらの要素技術とトッキの大型基板用低分子有機 EL システムの共通技術を適用し、大型基板用のプロセスインテグレーションシステムを提案する。

2.1.2 全体スケジュール、予算の推移

研究開発期間は、平成 15 年度から 17 年度の 3 年間である。開発スケジュールと予算の推移を表Ⅱ.2.1.2-1 に示す。

①高性能高分子発光材料創成技術の開発

イ. 高分子発光材料

青色に発光する新規共役高分子発光材料を核とし、緑、赤についても並行して、量産化、実用化に必要な高性能化の見通しを得た。

ロ. プロセス適合性

インクジェットのプロセスに適合したインク化技術を開発するとともに、パネルメーカーが開発に必要なミニマムバッチを安定できるインク量産化技術を確立した。

ハ. 光電変換材料など

小型スキャナーや接写カメラなどユビキタス時代に対応した市場を想定し、光電変換材料について、材料・素子設計から検討し、双方向機能を実証した。

(2) 有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発

イ. 高分子有機材料評価

有機 EL 素子性能維持に必要な材料の管理パラメータ制御の装置化対応の見通しを得た。

ロ. 20 cm角による要素技術開発

パネル製造のための基本データ収集し、大型基板用装置に必要な固有の要素技術を開発した。

ハ. 大型基板用高分子有機 EL システム

大型基板用のプロセスインテグレーションシステムを提案した。

表Ⅱ.2.1.2-1 全体スケジュールと予算推移

テーマ区分	主な研究開発実施事項		平成 15 年度		平成 16 年度		平成 17 年度
			上期	下期	通年	通年	合計
①高性能高分子発光材料創製技術の開発	高分子発光材料	青色	特性向上検討		量産化検討		一層の高性能化
		緑・赤	材料開発(青色+発光基)		量産化検討		実用化検討・高性能化
	プロセス適合性周辺材料の選定		青色インク化		正孔注入材料の選定		緑・赤インク化
	新規デバイスなど		大学への再委託・原理確認				双方向の実証
②有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発	高分子有機 EL のプロセス評価		基本材料とプロセス評価		有機 EL 素子性能維持に必要な材料の管理項目/基準の明確化		有機 EL 素子性能維持に必要な材料の管理パラメータ制御の装置化対応の実現
	20 cm角による要素技術開発				パネル製造色セスのための基本データ収集		大型基板用装置に必要な固有の要素技術開発
	大型基板用高分子有機 EL システム						大型基板用のプロセスインテグレーションシステムの提案
年度予算(百万円)	助成先(敬称省略)		上期	下期	通年	通年	合計
	住友化学		109	100	561	446	1,216
	トッキ		5	8	13	55	81

2.2 研究開発の実施体制

2.2.1 実施体制について

本研究開発は、NEDO技術開発機構が、原則、本邦の企業、研究組合、公益法人等の研究機関(原則、国内に研究開発拠点を有していること。ただし、国外企業の特別の研究開発能力、研究施設等の活用あるいは国際標準獲得の観点から国外企業との連携が必要な部分はこの限りではない。)から、公募

によって研究開発実施者を選定した。主たる高分子有機EL発光材料の開発を住友化学株式会社（2004年10月に住友化学工業株式会社から社名変更）が実施し、その開発材料の性能を最大限に引き出す最適システムを構築するための技術開発をトッキ株式会社が実施する。実施者は、相互に協力をして研究開発を実施する体制を組んでいる

2.3 研究の運営管理

各年度の実績報告に基づき、進捗を把握する。これにより、実用化に向けて加速提案をして、想定顧客が受け入れやすい材料システムを構築する。また、得られた成果物は、NEDO技術開発機構が後援、主催などをする展示会に積極的に出展するよう協力要請するとともに支援する。これまで、具体的には、2回の加速財源を提案実施、加速予算を計上した。また、2005年には、光未来展、愛知万博NEDOパビリオンでの展示で好評を得た。ナノテク技術の成果として、20064月から科学技術館での常設展示も予定している。

3. 情勢変化への対応

本プロジェクトは公募により、実施者を選定し、2分の1による助成事業で実施された。開発の進捗に対応するため、および更に加速させるために、2004年度秋並びに2005年度春の2度の加速財源を実施した。

・2004年度秋加速財源

本加速財源により、従来想定された市場に加え、ポータブルDVDプレーヤーを始めとする新規なアプリケーション分野に低消費電力、軽量、薄膜化をセールスポイントとして参入が可能となることから実施した。具体的には、本加速財源を用いて、新規キラーアプリケーションの探索に向けたインク化検討及びインク特性評価、また量産化検討を実施するための設備の導入を行った。これにより、デバイスメーカーに近いレベルでの評価とデバイスメーカーの素子製造ラインにおけるミニマムバッチへの対応が可能となり、デバイスメーカーの負担を軽減することが可能となった。この検討に基づき、電子部プロジェクトにもサンプル供試出来る体制を整えることが出来た。

・2005年度春加速財源

2004年9月デバイスメーカーから薄膜トランジスタ（TFT）駆動方式の低分子有機ELディスプレイを搭載した個人携帯端末（PDA）が発表され、TFT駆動基板に対応した量産装置の開発が急務となったことから実施した。

具体的には、本加速財源を用いて、溶媒精製装置を導入し、ミニマムバッチのインクの不純物を除去する検討を実施した。また、陰極形成時に発光材料にダメージのない量産用蒸着源の開発を加速し、高分子発光材料に全くダメージを与えない蒸着法を確立することが可能となった。

なお、技術開発課題にある研究目標に対して、影響を及ぼすレベルの社会的技術的情勢などの外部要因に顕著な変化はない。

4. 中間評価結果への対応

本プロジェクト期間は、3年間のため中間評価は実施せず。

5. 評価に関する事項

【事前】

5-1 評価の実施時期

平成 18 年 5 月末から 6 月上旬を予定

5-2 評価手法

N E D O 技術開発機構が開催する事後評価委員会で実施する。

5-3 評価事務局

N E D O 技術開発機構、評価部

5-4 評価項目・基準

機構内において、項目・基準を設定

Ⅲ. 研究開発成果について

1. 事業全体の成果

1-1 目標の達成度

1-1-1 高性能高分子発光材料創製技術の開発

平成15年度は赤、緑、青の発光材料の中で特性が一番劣っていた青色の発光材料の開発に注力した。新規な母骨格および発光ユニットを開発することで、実用の最初の見込である1万時間を達成することができた。平成16年度には電子と正孔の注入バランスに着目して、青色高分子発光材料の特性改良を行った。併せて、青色高分子発光材料構造を基にして、赤色、緑色へ適用し、その発光を確認することで、開発した高分子発光材料創製技術の有用性を確認した。平成17年度は、新しい母骨格や発光ユニットの開発に成功し、それまで開発した青色、赤色、緑色発光材料と組み合わせることで、さらなる特性の向上に成功し、本プロジェクトの目標を達成した。創製に成功したR（赤）G（緑）B（青）の高分子発光材料の特性を、目標値とともにを図 III.1-1-1-1 に示した。また、同時に本プロジェクトで創製した高分子発光材料の特性をプロジェクト開始時における特性とあわせて、図 III.1-1-1-2~4 に示した。

また、これらの開発したRGB材料を用いて、種々の溶媒をスクリーニングし、粘度、濃度の観点から、インクジェットの吐出性、吐出溶液の乾燥挙動を検討・解析して、溶液組成と濃度を最適化することで、高分子発光材料に適したインクを開発した。さらに、開発した高分子発光材料の量産化を検討し、大スケールにおける触媒量、濃度、重合過程を最適化することで、実験室レベルとほぼ同等の特性を示す高分子発光材料の製造技術を確立した（表 III.1-1-1-1）

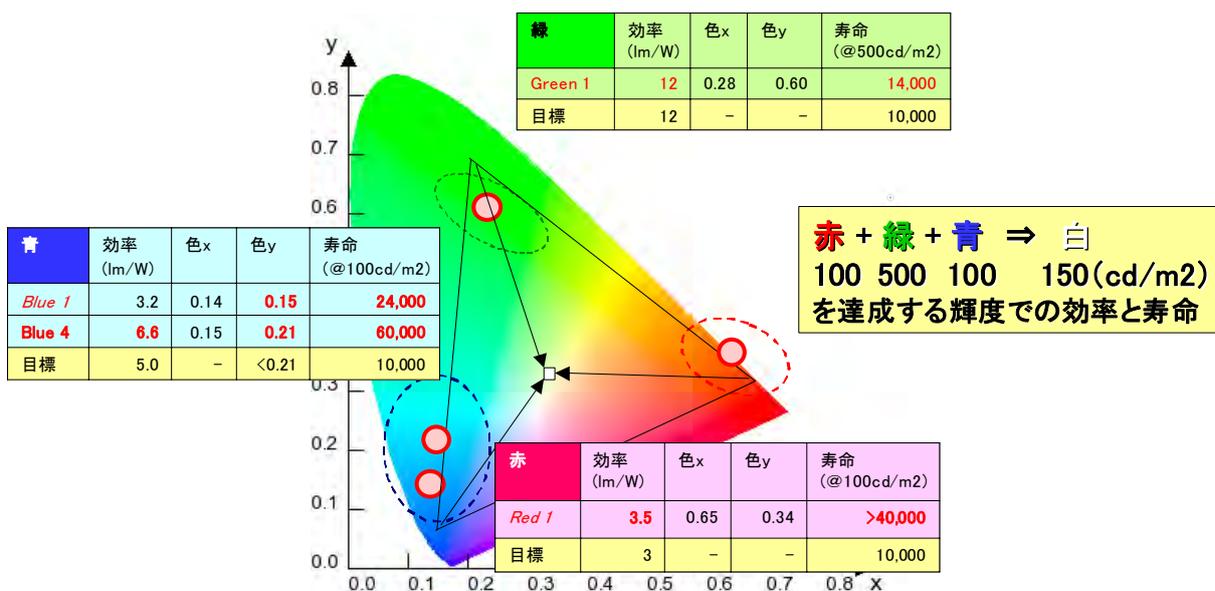


図 III.1-1-1-1 本プロジェクトで開発した高分子発光材料の特性

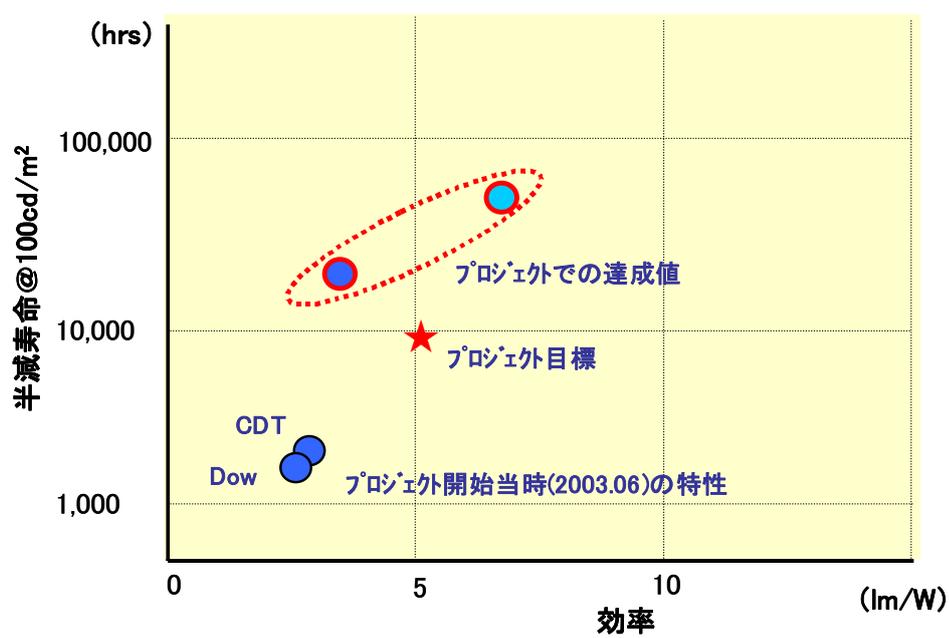


図 III. 1-1-1-2. 本プロジェクトで開発した高分子青色発光材料の特性

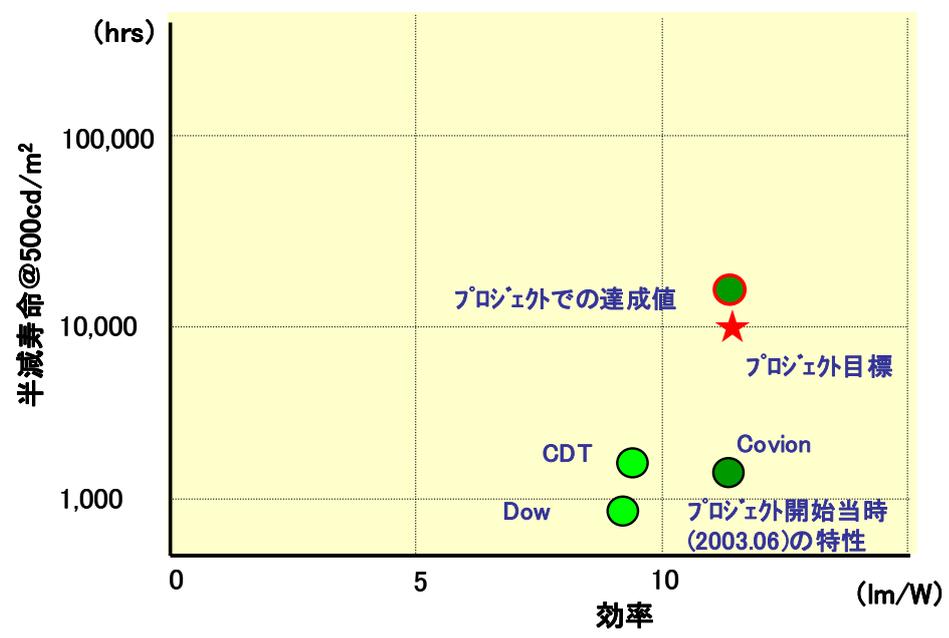


図 III. 1-1-1-3. 本プロジェクトで開発した高分子緑色発光材料の特性

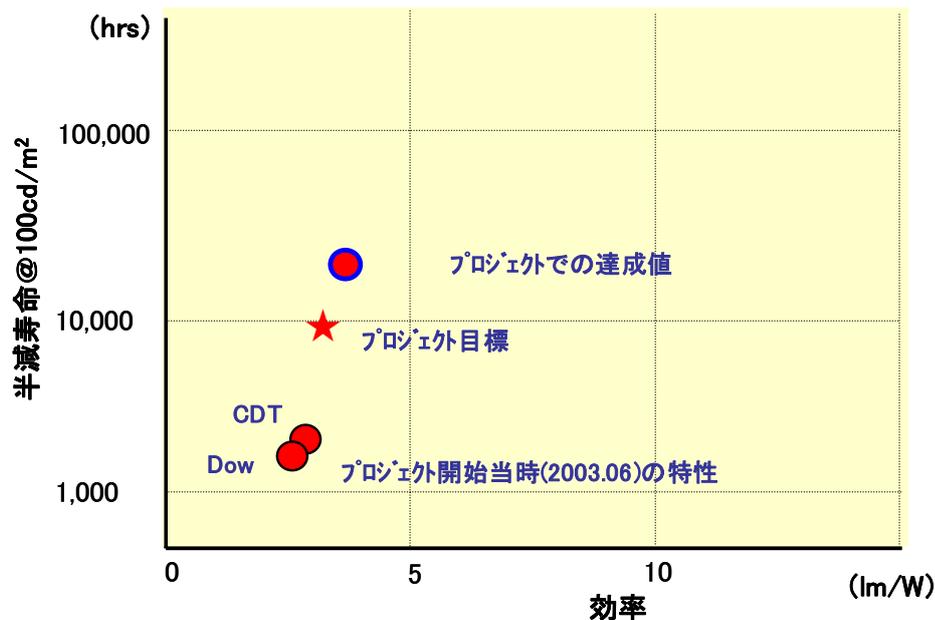


図 III.1-1-1-4. 本プロジェクトで開発した高分子赤色発光材料の特性

①高発光効率と長寿命特性を両立する高性能高分子有機 EL 発光材料の開発

イ. 青色高分子有機 EL 発光材料の開発

高分子有機 EL 発光材料は母骨格、電荷輸送ユニット、発光ユニットから構成されることが一般的である。高効率化には、電荷のバランス、発光ユニットの選択が重要である。また、長寿命化には、それぞれの化学的、あるいは電気化学的な安定性、そして／または電荷のバランスの安定性に関連している。母骨格としては、プロジェクト開始前に開発に成功していた新規構造を活用し、電荷輸送ユニットのスクリーニングや重合比の最適化を行うことで、化学構造や電荷バランスの安定化を図ることに成功し、図 III.1-1-1-1 に示すとおり、色純度が $CIE(x,y)=(0.16,0.21)$ 、効率 6.6lm/W 、寿命約 $60,000$ 時間（初期輝度 100cd/m^2 相当換算値）を示す材料を開発することができ、本事業の目標を達成した。

ロ. 赤色、緑色の高分子有機 EL 発光材料の開発

上述の青色発光材料を基本とし、平成 16 年度に、既知の赤色や緑色に発光するユニットを組み合わせることで、赤色、緑色発光を確認した。平成 17 年度は、高性能化を図るために、新しいユニットの導入を検討し、高効率、長寿命化に成功した。これらの結果は、開発した高分子発光材料創製技術の有用性を示している。本検討で得られた赤色、緑色発光材料の特性を、青発光材料の特性とともに図 III.1-1-1-2 および図 III.1-1-1-3 に示している。

赤色発光材料においては、発光効率 3.35lm/W 、輝度半減寿命 $40,000$ 時間(初期輝度 100cd/cm^2)の特性を有するものが得られた。

緑発光材料に関しても、発光効率 12lm/W まで改善し、輝度半減寿命 14,000 時間（初期輝度 500cd/m²）の特性を有するものが得られた。課題であった色純度も、(0.28,0.60)と良好である。

以上のように、赤、緑材料においても、本事業目標を達成することに成功した。

ハ．量産化技術確立

ほぼ目標を満足する材料の開発に成功したことから、その量産化の検討を行った。小実験（実験室スケール）にて合成した高分子有機 EL 発光材料の特性を再現することが必要である。分子量や組成の再現に着目して、重合反応のスケールアップ要因を抽出し、検討することにより、量産化技術を確立することが出来た。

まずは 200g/バッチの重合を行い、分子量制御が可能なこと及び小実験の材料特性が再現できることを確認した後に、700g/バッチの重合を行い、問題なくスケールアップが可能であることを確認した。

ここで確立した量産化技術は、本プロジェクトの目標である 1 t/年（1Kg/バッチ）に問題なく適用可能であることから量産化技術についても目標を達成したと考える。

② 高性能高分子有機 EL 発光材料に最適な周辺材料の設定

高分子有機 EL 発光材料に最適な周辺材料の設定として、素子化プロセス、正孔注入材料、インターレイヤー材料、陰極材料の検討を行った。

イ．素子化プロセス

ドットマトリクスの高分子有機 EL 素子を作成するためには、素子化の各プロセスの最適化が重要であり、素子化に関する各プロセスにおいて、基板処理装置、インクジェット塗布装置、蒸着チャンバー、封止装置を用いて検討した結果、目標タクトタイムである 3 分/枚以内とすることは原理的に可能であると考えられる。

ロ．正孔注入材料

本プロジェクトで開発した高分子発光材料を PEDOT と組合わせて用いることで、発光効率や寿命特性が改善され、素子特性の再現性も高くなることが分かった。また、青色、緑色、赤色の各発光材料にも共通に使用可能であることから、PEDOT を正孔注入材料に設定した。

ハ．インターレイヤー材料

インターレイヤーを高分子有機 EL 発光素子に導入することで、発光効率や寿命が向上することが知ら

れているが、本プロジェクトで開発した高分子発光材料の性能を引き出すために、インターレイヤー材料の開発も行った。上述の正孔注入材料と組合せることで、青色、緑色、赤色の各発光材料にも共通に、発光効率や寿命の改善に寄与するインターレイヤー材料を開発することが出来た。

ニ．陰極材料

各種の陰極をスクリーニングした結果、バリウム／アルミニウム陰極が、比較的良好な特性を示すことがわかった。青色、緑色、赤色の各発光材料のいずれに対しても使用可能なことから、陰極材料として設定した。

ホ．解析

高分子有機EL素子において、これまでの材料メーカーとデバイスメーカーの関係、すなわち、発光材料をデバイスメーカーに提供し、デバイスとしての評価を行い、それを発光材料の開発にフィードバックするスキームでは、開発に時間を要するなどの課題があった。実用化を加速するためには、材料メーカー側でも材料の評価のレベルをあげ、デバイスメーカーに近いレベルで評価することで、これまでの開発スキームの一部を省略でき、開発を加速できると期待される。これらを実現するために、高分子有機EL素子の実証機を導入した。

通常の評価用素子のプロセスやその特性評価はだけでは実際の素子（パネル）との特性の差を把握することは困難であると考えられる。そこで、実証機を用い、発光材料のテスト素子と実素子のプロセスの影響を把握して、材料開発にフィードバックを掛けることに努めた。さらに、これらを通して、競合他社に対して優位性のある発光材料の開発、あるいは、ユーザーでの素子開発に有用であると考えられる。本事業では、実際にパネルを駆動させる条件での評価やプロセスの影響を把握するために、ドットマトリックスパネル（128RGB×128）を試作した。

高分子発光材料の評価においては、従来は、単独の画素で、定電流の駆動寿命の評価を行うことが多かった。しかし、ドットマトリックスでの駆動においては、駆動条件（波形、電流密度など）が大きく異なっており、そのような実際の駆動条件での寿命評価は、材料の実用特性を確認するために、重要である。導入したドットマトリックス駆動評価装置を用いて、駆動条件と特性を検討した。その結果、定電流から単純に換算して推定するよりも長寿命となる可能性が見出された。

また、パネル作成のプロセスと材料物性の相関を把握するために、作成したパネル評価装置で欠陥、ムラ等を検討した。駆動回路との接続不良によって、線欠陥が発生することが問題であったが、条件検討により低減できた。また、発光層の塗布ムラによって各種の欠陥が発生したが、インク調製と塗布条件を検討することにより、低減できた。

表 III.1-1-1-1. 本プロジェクトの達成度

項目	目標	達成値	達成度
青色発光材料	5 lm/W 10,000時間@100cd/m ² CIE-y<0.21	6.6 lm/W, 60,000hrs@100cd/m ² CIE-y~0.21	>100%
緑色発光材料	12 lm/W 10,000時間@500cd/m ²	12.0 lm/W, 11,000hrs@500cd/m ²	100%
赤色発光材料	3 lm/W 10,000時間@100cd/m ²	~3.5 lm/W, >40,000hrs@100cd/m ²	>100%
量産製造技術	1 t/年 (1 kg/バッチ)	量産体制確立 (~700g/バッチ実施) 1Kg/バッチ対応可能	100%
インク化(RGB)	インクジェット塗布 (塗り分け)	RGBインク塗り分け ドットマトリクスパネル試作	100%
周辺材料	正孔注入、インターレイヤー、陰極 RGB用設定	RGB共通設定	100%

1-1-2 有機 EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発

①最適成形加工技術の開発

イ. インクフォーミュレーションとインクジェット法

上記で開発した高分子発光材料に対して、インクジェット塗布法に最適なインク組成の探索を行なった。溶媒の沸点、溶液の粘度を最適化するために、導入したインクフォーミュレーション検討装置を用いて、各種の溶媒をスクリーニングし、高分子発光材料のインク溶液の粘弾性測定を測定や、インクジェット装置でのインク溶媒の吐出挙動の測定を行い、インクジェット吐出可能なインク組成を見出した。

また、インク化に適した高分子発光材料を合成するために、インク開発用材料合成装置を、また、導入した溶媒精製装置を用いて、溶媒の純度の影響を調べた。

一方で、インクジェット法での塗布膜は形成されるピクセル内に均一な膜厚で形成する必要がある。膜厚の不均一性が発光輝度の不均一性に現れる。また、インクジェットのヘッドから吐出されるインク滴はある角度分布を持って吐出されることが知られている。インクの塗布直後の膜厚と乾燥後の膜厚には、100倍程度の差があり、ピクセルの周囲にバンクを形成することで、液の溢れの防止や吐出の精度の向上が行われている。インクの開発には、発光材料の薄膜が形成される基板（バンク）の形状や表面状態を考慮する必要があり、これらの影響を検討することから始めた。これらを検討するために、インク開発用基板作成装置を用い、基板上に形成するバンクの形状や表面状態と塗布膜の形状の相関関係の検討を行ない、均一な塗布膜形成に与える因子を抽出した結果、図 III.1-1-2-1 に示すように、赤、緑、青材料の画素を高精度、均一に形成できた。

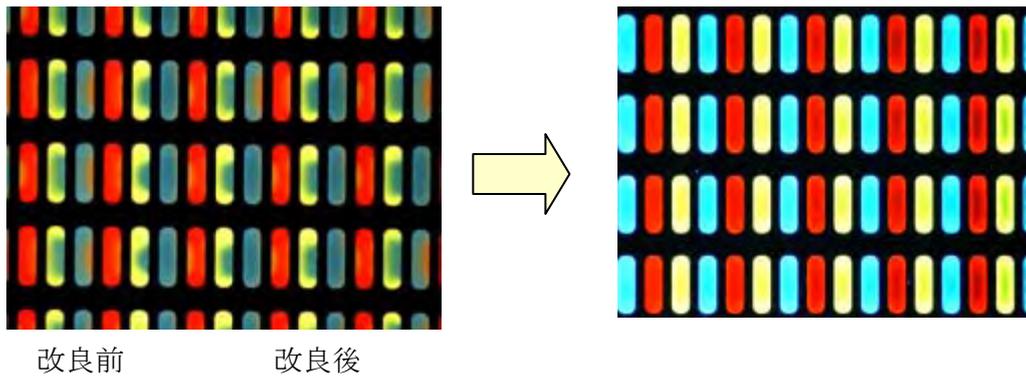


図 111.1-1-2-1. インクジェット法による画素形成（改良の前後）

ロ. 封止技術・・・膜封止装置の検討

有機EL素子の特徴は基板が1枚でよいことであり、フレキシブル素子の実用化に近いと期待される。現在、有機EL素子はガラス板やステンレスの封止板を素子基板に封着しているが、この素子では、フレキシブル化は難しい。最近、無機/有機を積層した膜で高いバリア性を示すことが報告され、その装置が Vitex 社で開発されている情報を得た。この装置は世界出始めて導入することができた。導入した膜封止装置を用い、無機（金属酸化物）/有機（UV硬化樹脂）積層膜による膜封止の検討を行った。実証装置と直結することで、不活性雰囲気を破らずに、膜封止が可能である。

酸化膜は反応性スパッタ法（パルス DC 電源）にて行った。アルミニウム（6N）ターゲットを用い、 O_2 ガスを導入しアルミナの緻密な酸化膜を形成した。この膜が基本的にバリア特性に最も影響を与える。

有機層は、エバポレータでモノマーを気化し、スリットからモノマーを噴出させ、そのスリット上を基板が搬送されることによって、基板にモノマーが付着し、それを UV でキュアすることによって重合しポリマーにすることで形成した。

C a 蒸着膜をテストサンプルとして、上記膜封止を行うことにより、十分なバリア性が得られ、C a の酸化が抑制されることが確認できた。

ハ. 陰極形成技術・・・ダメージ対策機構

通常の素子はボトムエミッション型であり、インジウム錫酸化物（ITO）が形成された基板を通して、発光する構造を取っている。この場合に、基板上に形成される駆動用のトランジスタ等の構造物で、発光面積が狭められている。このため、開口率の増加には限界がある。一方、この限界を破るためにトップエミッション型の高分子有機ELディスプレイが開発されている。陰極側に光りを発する構造であり、基板の構造物に発光面積が影響されない構造となっている。ただ、これまで金属で形成されていた陰極を透明にする必要がある。透明電極として代表的な材料としては ITO があり、スパ

スパッタ法、電子ビーム蒸着法等で成膜される。しかしながら、これらの成膜法を用いた場合、高分子有機EL素子の発光輝度の低下、スペクトルの変化などのダメージを与えることが予測される。これは、成膜中に発生するプラズマや加速電子、X（紫外）線が有機物である高分子膜（発光層）に作用して影響を与えられているものと考えられており、ダメージを極力押えた成膜方法、あるいは成膜条件を用いる必要がある。そこで、ダメージ対策機構付きスパッタ装置を導入し、発光層に対してITOスパッタでどのようなダメージが生じるのか、スパッタパワーの依存性を調べた。電子注入性の材料を挿入することで、透明陰極とすることが期待される。

そこで、ダメージレス製膜技術の開発を行い、以下の成果を得ることが出来た。

- 1) X線発生量を低減する事により高分子有機EL素子へのダメージの防止をはかり、多点蒸着源採用によるEB法での大型基板化への可能性を明確にする事が出来た。
- 2) X線発生量を防止する事によりTFEダメージの懸念材料を払拭し、多点蒸着源採用による新規蒸着源での大型基板化への可能性を明確にする事ができた。
- 3) 新規スパッタ製膜法で高分子有機EL素子試作評価する事により、本法を高分子有機EL素子プロセスに適用する為には、キャリア密度低下以外の別の追加対策が必要であるという知見が得られた。これにより、今後の高分子有機EL素子用スパッタ製膜装置開発における方向性を明らかにする事が出来た。

ニ. マスクレス加工技術開発

レーザー加工法をカソード金属電極配線形成技術に応用し高分子有機EL素子点灯試作評価を実施した。その結果、レーザー加工技術が高分子有機EL素子製造プロセスに適用できる可能性が極めて高い事が明確になった。

②プロセスインテグレーションシステムの設計

従来の前処理、インクジェット製膜、乾燥、ベーク炉、陰極製膜、缶封止を連結した高分子有機EL製造システムを再構築し、大型基板に対応する装置を視野に入れ、マスクレス・陰極レーザー加工、ダメージレス陰極製膜、膜封止をインテグレーションシステムに組み込む事が出来た。

1-2 成果の意義

1-2-1 高性能高分子発光材料創製技術の開発

本成果により、実用化の可能な特性を示す高分子有機EL発光材料が開発に目処が立ち、材料のビジネスを早期に立ち上げる基礎ができた。また、開発した高分子発光材料をデバイスメーカーに提供することでデバイスメーカーの実用化を加速できると期待される。さらに、本事業で単に発光材料のみではなく、周辺材料、プロセス、製造装置についてのトータルな素子作製技術に目途がつき、小型携帯用の

ディスプレイ用にトータルソリューションを提供できる目処が立った。今後、デバイスメーカーと協力して、実用化、量産化についての動きを加速できるようになった。

現在、従来低分子有機EL素子で携帯電話などのディスプレイ、小型デジタルオーディオ機器用ディスプレイでの利用が拡大されているが、それに遅れることなく、それぞれの特徴を生かしながら、液晶からの置き換え等が進むものと期待される。さらに、これらの分野で市場に素子を出すことで、材料技術、素子製造プロセス、素子アーキテクチャーの進展が進むなかで、より大型のディスプレイへ展開可能な技術に発展すると期待され、生産性が高い、大面積の基板が利用出来る等の高分子有機ELディスプレイの特徴を生かした分野に大きく拡大する可能性を示すことができた。

さらに、従来のディスプレイ技術では実現できなかった新規なディスプレイ分野が開拓される可能性がある。例えば、期待される新たな市場としては、大面積のディスプレイ、フレキシブルディスプレイ、双方向デバイスなどである。特に双方向性デバイスは、光-光変換素子を用いたもので、入力と表示が一体化されていることから、置き換え市場ではなく、新しい市場を形成できるものと期待される。

これらの市場は、年間数百億円～数千億円の市場に発展する可能性がある。

1-2-2 有機EL ディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発

新規に開発したダメージレス製膜技術とマスクレス加工技術、及び住友化学で開発された高分子発光材料特性を踏まえたインクジェット製膜技術と膜封止技術により従来のプロセスインテグレーションシステムを見直して新たに再構築した結果、実用性の高い高分子有機EL製造プロセスインテグレーションシステムを設計し提案する事が出来た。

今後の高分子有機EL ビジネスを拡大展開する上で、本インテグレーションシステムは、非常に有効なツールになると考えている。

2. 研究開発項目毎の成果

2-1 高性能高分子発光材料創製技術の開発

2-1-1 高発光効率と長寿命特性を両立する高性能高分子有機EL発光材料の開発

①高分子有機EL素子の発光機構

イ. 有機EL素子の発光効率と高分子発光材料

有機EL素子は、透明電極（陽極）と金属電極（陰極）の間に発光を担う発光層が挟持されている構成となっている。特性向上のために、正孔注入層を透明電極と発光層の間に挿入することも行われている。この素子においては、電極からの発光層への電荷注入（正孔、電子）、発光層中の電荷移動、正負の電荷の再結合による励起子の生成を経て、発光が生じる。（図 III. 2-1-1-①-1）

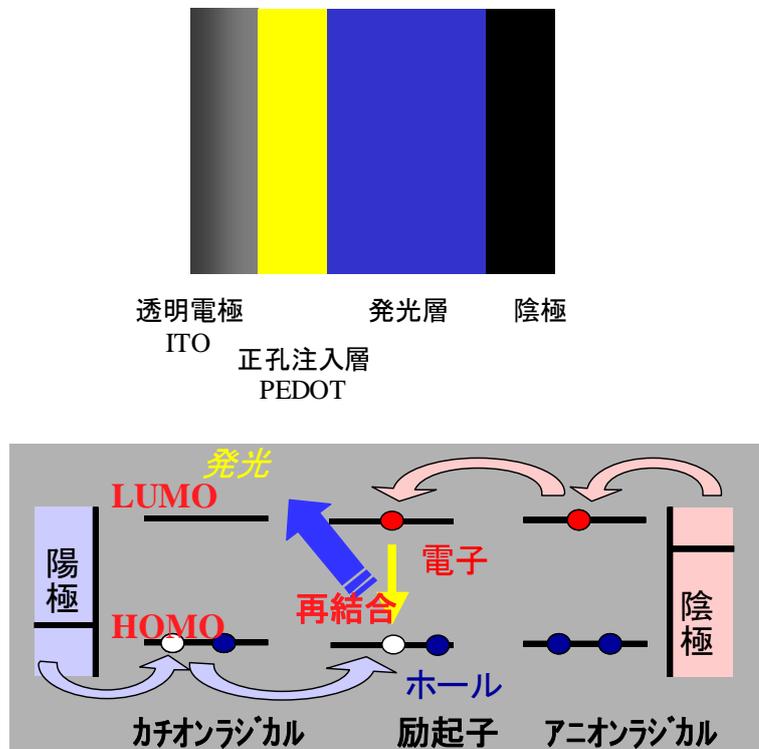


図 III. 2-1-1-①-1. 高分子有機EL 発光素子の構造

有機EL素子の発光過程を考察すると、その発光効率は、式（1）のように表されることが示されている。

$$\eta = \gamma \cdot \eta_{e-h} \cdot \phi_{ph} \cdot Q \quad \text{式 (1)}$$

η : 発光効率

γ : 正孔と電子のバランス

η_{e-h} : 正孔と電子の再結合確率

ϕ_{ph} : 発光材料の固体状態での量子収率

Q: 陰極による励起子の消光因子

この式を基にすると、有機EL素子の高効率化には、以下の性質が求められる。

- i) 発光材料が正負の電荷をバランス良く注入・輸送できること。
- ii) 発光材料が固体薄膜状態で高い蛍光の量子収率を有すること
- iii) 正孔と電子の再結合領域が、陰極から離れており、生成した励起子が、陰極による消光効果を受けないこと。

また、フルカラーディスプレイ用有機EL素子には色純度のより赤・緑・青の発光が必要であり、このためには、各色に対応したHOMO・LUMOギャップ（バンドギャップ）を有していることが必要である。

一方、長寿命な有機EL素子を得るためには、素子駆動中に発光効率が変わらないことであり、式（1）の各項目が変わらないことが求められる。そのためには、以下の性質が求められる。

- 1) 高分子有機EL発光材料自身が、化学的、電気化学的に安定であること。
 - ・ 光化学的な反応が少なく、蛍光の量子収率が変化しないことやバンドギャップに変化がないこと。
 - ・ 電子的な酸化・還元で安定であり、電荷の注入や輸送に影響を与えないこと。
- 2) 薄膜が熱的、機械的等、物理的に安定であること。
- 3) 界面での物質の移動等が少なく、素子の構造が変化しにくいこと。

上記に、考え方に基づき、高効率化、長寿命化への高分子発光材料の設計を行った。

ロ. 高分子系有機EL発光素子の特徴

図 III. 2-1-1-①-2 に、低分子有機EL素子と、高分子有機EL素子の構造を比較した。

低分子系有機EL発光素子は、正孔注入・輸送層と電子注入・輸送層の2層以上から構成された機能分離型の素子であり、その界面にヘテロ接合を有することが特徴となる。この場合には、陰極から注入された電子は、電子注入・輸送層を通り、ヘテロ接合界面に蓄積し、逆に、正孔は陽極から正孔注入・輸送層を通り界面に蓄積する。この蓄積により、正孔・電子は、界面で効率よく再結合することが出来る。即ち、低分子有機EL素子は、層構造を有するために、正負の電荷のバランスがとれ、高い再結合確率を与える。また、駆動中の電荷のバランスが変化しにくい、長寿命な素子を得ることが出来る」と説明されている。

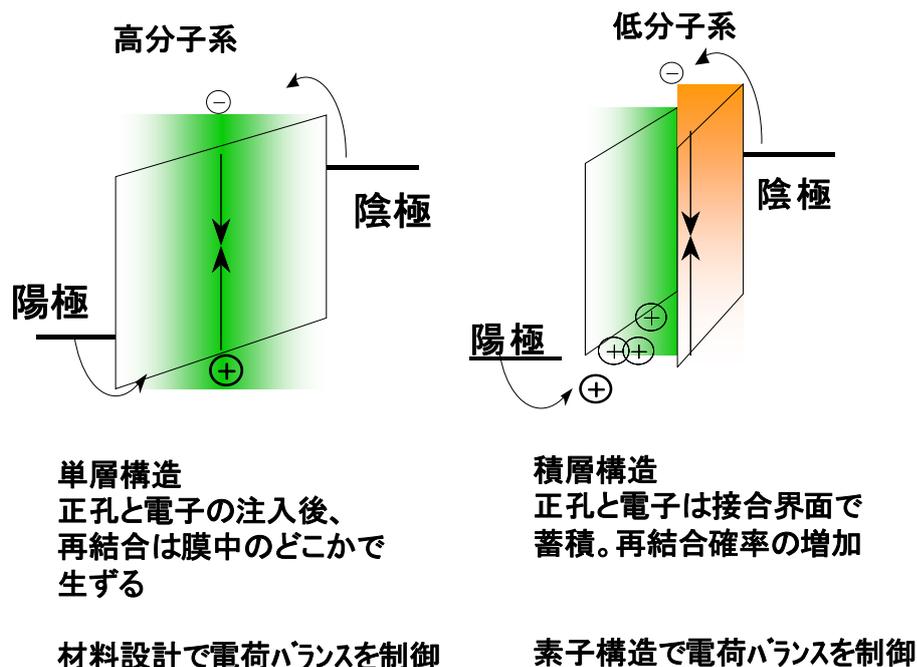


図 III. 2-1-1-①-2. 高分子有機 EL 素子と低分子有機 EL 素子の構造の比較

一方、高分子有機 EL 発光素子は、通常の場合積層構造を有さず、単層で構成される。高分子系では低分子有機 EL 発光素子とは異なり、界面がないことから、電荷の蓄積等がなく、注入された電荷は反対極に移動することとなる。そのため、高い発光効率を得るためには、発光材料自身で正負の電荷のバランスを取り、再結合を高める必要がある。

さらに、発光層が直接陰極と接していることから、陰極による消光因子も高分子有機 EL 発光素子では、無視できない (図 III. 2-1-1-①-3)。励起子が陰極近傍で生成した場合、陰極の金属によって消光されるため、発光効率が低下すると考えられる。

低分子有機 EL 発光素子では、発光層と陰極の間に通常、電子注入・輸送層が存在しているために、励起子が生成する発光層が陰極から離れているが、高分子有機 EL 発光素子では、単層構造のため、励起子が十分に離れて存在させるためには、電子と正孔のバランスを考慮する必要がある。即ち、正孔と電子の移動度をほぼ同程度にすることによって、励起子の生成する領域を、素子の発光層の中央もしくは陽極よりに設定することが好ましい。電荷のバランスは、高分子系の場合、正孔注入・輸送を与えるユニットと電子注入・輸送に与えるユニットとを適正な比率で共重合することによって、最適なものになることができる。

<p>長寿命化</p> <p>目標： 1万時間以上</p>	<p>材料の劣化の抑制</p> <ul style="list-style-type: none"> ・酸化・還元サイクルに強い材料 ・高Tg化（物理変化の抑制） ・不純物の低減（精製技術の改善） <p>界面の変化の抑制</p> <ul style="list-style-type: none"> ・界面の密着性の改善 ・物質移動の抑制 ・陰極酸化の防止（封止技術） <p>劣化挙動の解析</p> <ul style="list-style-type: none"> ・劣化前後の素子の比較 ・モデル系による要因解析 	<p>酸化・還元で化学変化極微 プロセス温度以上のTg 金属、ハロゲンなど ppm オーダー に低減</p> <p>剥離なし 実質的な変化なし</p>
<p>インク化</p>	<p>溶液特性の最適化</p> <ul style="list-style-type: none"> ・沈殿防止（溶解性、凝集防止） ・粘度調整（分子量、濃度などの制御） ・最適な溶媒の選択 ・高純度化（溶媒、高分子） <p>実素子での特性検証</p>	<p>インクジェット法が適用可能なインク の調製</p> <p>その他の製膜プロセスのインク についても応用できる。</p>
<p>量産製造技術の 確立</p> <p>目標：1t/年</p>	<p>大スケールでの重合・精製</p> <ul style="list-style-type: none"> ・反応条件の最適化 <p>特性の再現性</p> <ul style="list-style-type: none"> ・分子量制御（重合技術） ・不純物量制御（精製技術） 	<p>1kg/バッチ以上</p>

②高分子発光材料の開発指針

上述したような、発光機構を基本として、材料を設計し、合成、評価することにより、高性能な材料を探索した。

高分子発光材料は、母骨格となるユニットと主に電荷（正孔・電子）の注入・輸送に与るユニット、発光に与るユニットを適切な比率で共重合することによって得られる（図 III. 2-1-1-②-1）。本プロジェクトでは、各機能に与るユニットをそれぞれ探索した。もちろん、これらの機能区分は、独立したものではなく、相対的なものであるので、共重合の相手によって、その特性は変化しうる。例えば、母骨格と分類したユニットであっても、電荷の注入・輸送の能力は有しており、電荷（正孔・電子）の注入・輸送に与るユニットは共重合相手によって、その電荷輸送能を変える事が可能であり、ここでの機能区分は、簡便化のための便宜的なものである。

これらのユニットの例を図 III. 2-1-1-②-2 に示す。

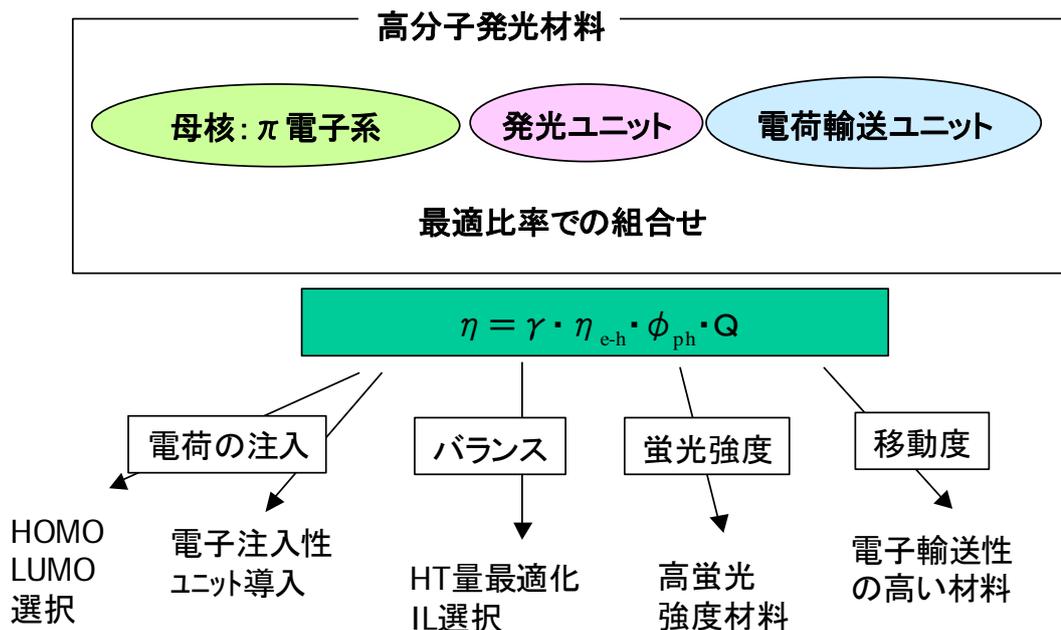


図 III.2-1-1-②-1. 材料開発の考え方

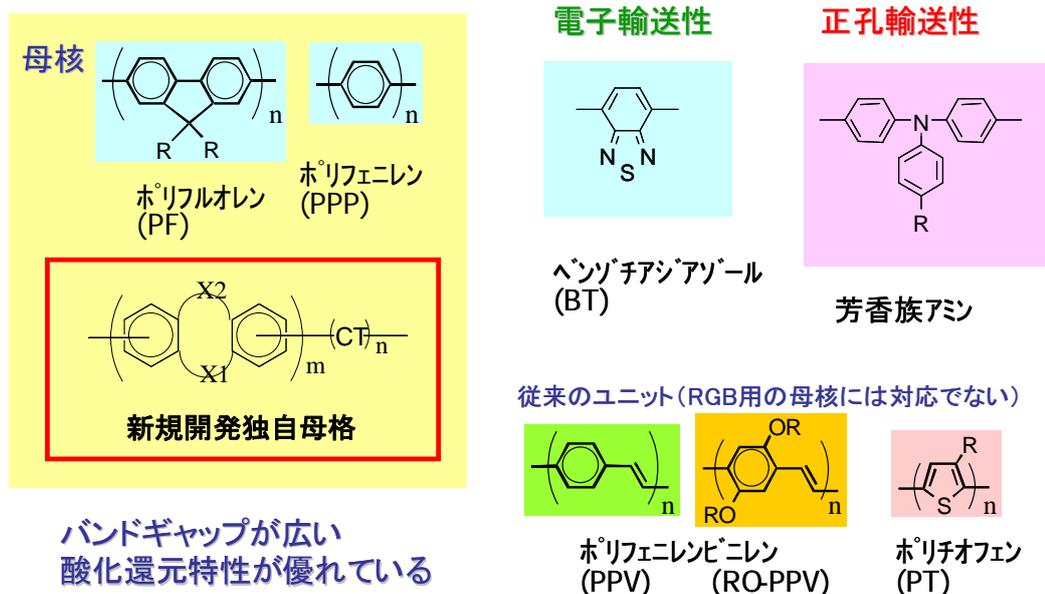


図 III.2-1-1-②-2. 高分子発光材料に使われる主な構造

高分子有機 EL 発光材料の実用化のためには、青色発光材料の高性能化、特に長寿命化が最大の課題とされている。本プロジェクトでは、まずは、高性能な青色発光材料を探索することに注力した。ここで得られた、青発光材料を元に、緑、赤発光材料へと展開した。

以下では、まず、各色の共通の技術である、高分子発光材料の重合方法と、高分子有機 EL 発光素子の劣化挙動について検討した結果について纏めた後、各色の開発の結果について述べる。

③ 高分子発光材料の重合技術の確立

上述したように、高性能な素子特性を得るためには、ある程度高い分子量を有する発光材料を得る重合が必要である。更に、分子量を高精度で制御できる必要がある。

一方、高分子有機EL素子作成プロセスの最大の特徴は、発光層をインクジェット法に代表される印刷法を用いた塗布法で形成できることである。これらの方法では溶液（インク）の粘度と濃度のバランスを取ることが重要であり、用いられる高分子発光材料の分子量は精密に制御する必要がある。通常有機溶媒に高分子発光材料を溶解し、それをインクジェット法や、スピコート法を用いて基板上に薄膜を形成する。例えば、インクジェット法を用いた場合、薄膜の形成過程は、以下のようになる。高分子発光材料溶液がインクジェットの印刷用ヘッドから液滴として吐出され、この液滴が基板に着弾し、その後、溶媒が揮発し、薄膜が形成される。これらの過程は、発光材料溶液の粘度や表面張力、粘弾性特性などによって大きな影響を受ける。高分子発光材料の分子量や溶液中の濃度は、これらの物性に密接に関連していることから、精密に分子量を制御する必要がある。

本プロジェクトで、検討している高分子発光材料は、ポリアリーレン系である。即ち、芳香環同士を縮重合して合成される。ポリアリーレン系の高分子の合成方法は、酸化重合、山本重合、及び鈴木重合に大別される（図 III. 2-1-1-③-1）。

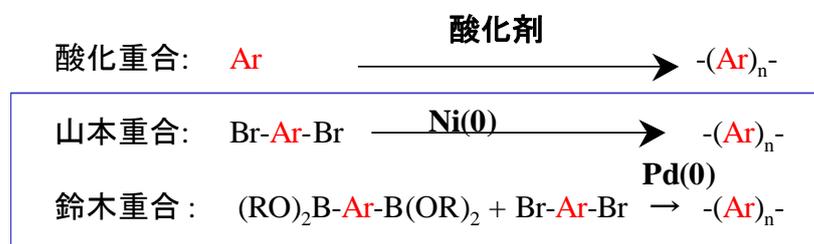


図 III. 2-1-1-③-1. 高分子発光材料の重合方法

酸化重合は、例えば大阪大学、吉野らによって、フルオレンの重合が報告されている。重合のための官能基が必要なく、モノマーの合成が簡便であるという特徴を有するが、高分子量が得にくいことや重合の結合位置が制御できないことから、現在ではあまり使われていない。

山本重合は、Ni(0)を重合剤に用いる反応で、ジハロゲン化合物同士をカップリングさせる方法である。一方で、鈴木重合はPd触媒を用い、ジボウ酸誘導体とジハロゲン誘導体とのクロスカップリング反応を用いる。

表 III. 2-1-1-③-1 で示したように、山本重合は、2種の共重合体を合成する場合は、ランダム共重合体が得られるのに対し、鈴木重合は交互共重合体が得られる。山本重合はハロゲン誘導体のホモカップリング反応であることから、モノマーはハロゲン誘導体のみでいいため、合成の効率化が図れるのに

対し、鈴木重合では、高分子の一次構造がある程度制御された高分子を合成することが可能である。

表 III. 2-1-1-③-1. 重合方法の特徴

重合法	官能基数	構造	分子量
酸化重合	0	ランダム	-
山本重合	1	ランダム	10^3 - 10^6
鈴木重合	2	交互	10^3 - 10^6

イ. 山本重合

これまで、実質的には高い分子量を与える山本重合は報告されていなかったため、2002年に住友化学は独自に、高分子量が得られる山本重合法を開発した（特開 2002-2338665）。この方法は、ジプロモ体モノマーを、Ni(COD)₂（COD=シクロオクタジエン）の存在下で重合させる。住友化学は、Ni(COD)₂のモノマーに対する当量が多いほど、高い分子量が得られ、特にNi(COD)₂の当量が1.8以上で高い分子量を得ることが出来、また、Ni(COD)₂当量によって、分子量が制御出来ることが分かった。

ロ. 鈴木重合

鈴木重合を用いて高い分子量を有する高分子を得る方法としては、次の2つの方法が報告されている。一つは、CDT(ケンブリッジディスプレイテクノロジー)から出願された W00053656 記載の方法であり、もう一つはダウケミカルから出願された US577070 記載の方法である。いずれの特許も、CDTからのライセンスやダウケミカルの高分子有機EL事業部門の買収により、当社で実施可能な技術である。どの方法を採用するかは、材料の特性と量産プロセスの容易性を勘案して決定すべきことである。

鈴木重合は、ジホウ酸誘導体とジハロゲン誘導体とのクロスカップリング反応を、Pd触媒と塩基の存在下反応させる方法であり、通常の場合、有機溶媒と水の2相系にて反応を行う。CDT法、ダウケミカル法ともに使用する塩基に特徴を有する。

ダウケミカル法は、塩基として炭酸ナトリウムなどの無機塩基を用い、相関移動触媒である長鎖アルキルアンモニウム塩の存在下で反応させる。

CDT法は、ダウケミカル法での無機塩基と相関移動触媒の組合せの変わりに、アンモニウムヒドロキサイドなどの有機塩基を用いて反応させる。

いずれの方法も、鈴木重合の特徴である、水-有機層の2相系の反応であること考慮した方法であり、塩基が水層と有機層に存在することが可能で、効果的に高分子量を得ることが可能である。

また、CDT法及びダウケミカル法いずれの反応でも、ジホウ酸誘導体モノマーとジハロゲン誘導体モノマーの化学量論比を制御することで、分子量を制御することが可能である。図 III. 2-1-1-③-2は、ジホウ酸誘導体モノマーとジハロゲン誘導体モノマーの化学量論比と分子量の関係を示したものである。この関係は、モノマーの種類や純度によって異なり、前もって検量線を作成することによって、分子量を制御できた。

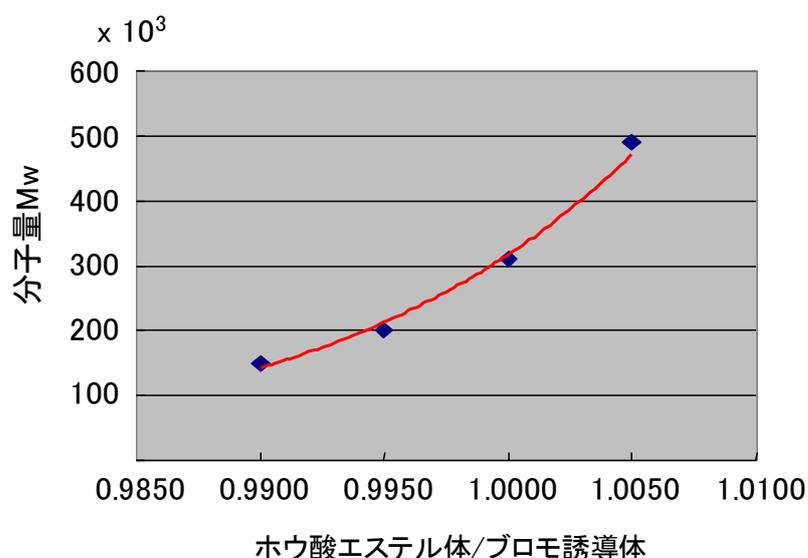


図 III. 2-1-1-③-2. 鈴木重合：分子量とホウ酸エステル/ブロモ誘導体の当量の関係

本プロジェクトでは、これらの重合方法の特徴を踏まえて、材料の探索を行った。

④高分子有機 EL 素子の高発光効率化の検討

本プロジェクトでは、まずは、高分子青色発光材料の開発に注力した。その結果を以下にまとめた。上述したように、高分子有機 EL 発光素子の開発には、上述した式 1) に示したように、各パラメータそれぞれについて詳細に検討し、それらのバランスを取っていく必要がある。

イ. 再結合確率の改善

i) 高分子発光材料の分子量の効果

高分子有機 EL 発光素子で再結合確率を高めるためには、高分子発光材料の分子量が大きな因子となる。図 III. 2-1-1-④-1 には、EL 発光効率と分子量の関係と、PL (Photoluminescence) 強度の相対値と分子量の関係を示した。PL 強度は分子量に依らずほぼ一定の値を示し、分子量依存性が無いことが分かる。一方で、EL (electroluminescence) 効率は、ある閾値を有し、閾値以上の分子量で、高い効率を与えることが分かる。これは、以下のように考えると説明できる。高分子発光材料が高い分子量の場合は、電子と正孔が同一主鎖上に移動する確率が、低分子量の場合よりも高いと考えられる。同一主鎖上の正孔と電子は、速やかに再結合し、高い再結合確率ひいては高効率な発光を与える。一方で、低分子量の場合は、再結合せずに電荷が他の主鎖へ移動している確率が高くなるために、発光効率が低いと推定される。

また、2002年にアイオワ大学のグループが、高分子発光材料の共役の広がりが大きいほど、1重項の生成確率が高くなると報告した。発光素子中、正孔と電子が再結合した場合、1重項と3重項の生

成確率は、統計的な確率で25 : 75とされている。3重項励起状態は基底状態への遷移が禁制であるので、通常の有機化合物では、非常に弱い燐光を示すか、熱的に失活し、発光しないことが一般的である。1重項の生成確率が高くなると、高効率化が期待される。発光材料が高分子量の場合が共役系は大きく広がっていると推定されることから、高い1重項生成確率を有し、高効率を与えた可能性も示唆される。

いずれにしても、ある程度高い分子量を有する高分子発光材料を開発することが必要である。

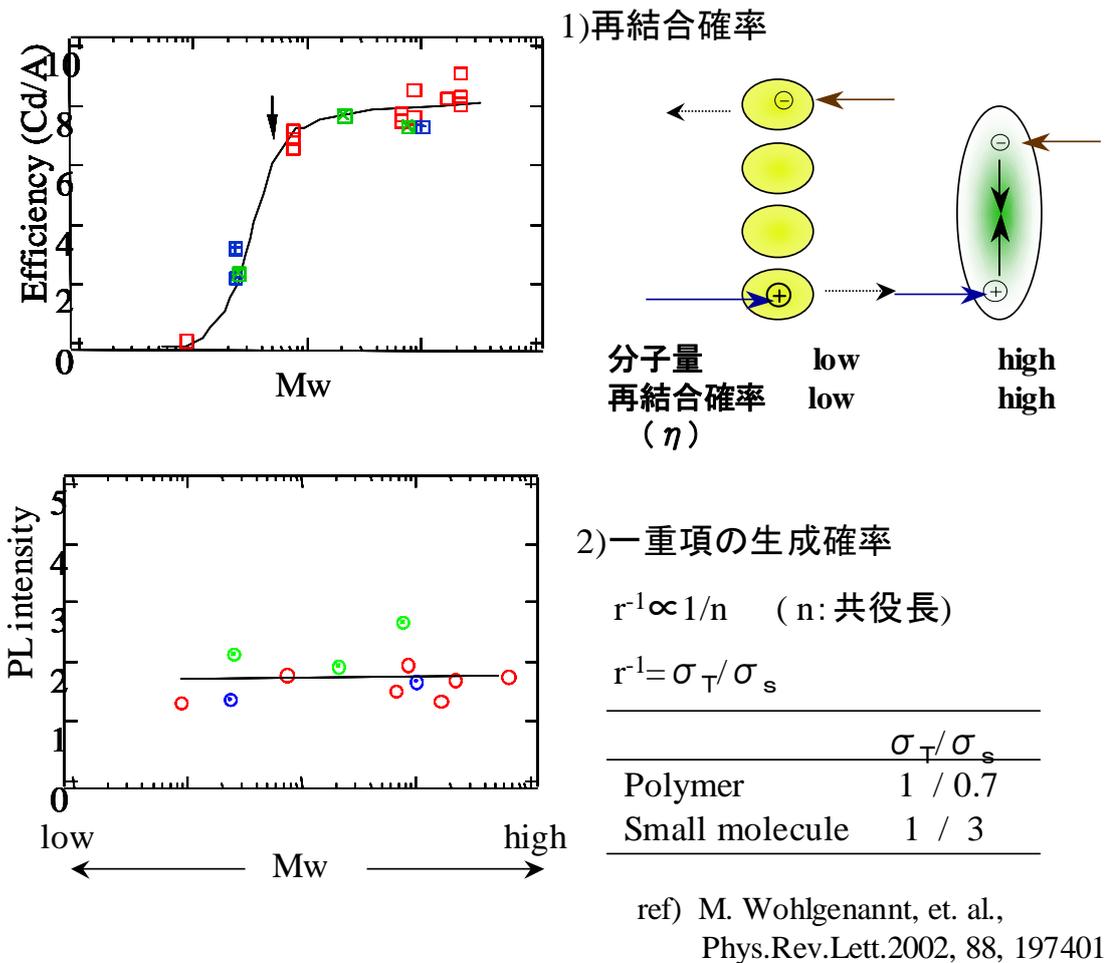


図 111.2-1-1-④-1. 高分子有機 EL 素子における分子量と発光効率

高い分子量を得る重合方法に関しては、上述の重合方法の項でまとめた。

ii) 高い結合エネルギーを有するユニットの探索

一方で、励起状態の結合エネルギー (Binding energy) の大きなユニットを探索することが、高い再結合確率ひいては高い発光効率を与えると推定される。有機 EL 素子では、電荷が分子上で再結合し、励起子を生成した後、発光に至るが、有機 EL 素子には、非常に高い電界が掛かっている状態であるた

め、一旦生成した励起子が、強電界により電荷分離を起こし、発光に関与しない場合が考えられるからである。

結合エネルギーを評価する方法としては、熱刺激電流法（TSC法）が知られているが、専用の測定系を構築する必要があり、かつ測定に非常に時間がかかることから、本プロジェクトにおいては、より簡便な方法として、高分子有機EL素子に逆バイアスを印加したときのPL強度の変化を測定することによって、結合エネルギーの評価することとした。

通常の有機EL素子では、陰極にマイナス電圧、陽極にプラス電圧を印加するが、本測定では、陰極にプラス電圧、陽極にマイナス電圧を印加する（逆バイアスの印加）。電圧を変えながら、素子の透明電極側から、励起光（350nm）を照射し、生じる蛍光の強度を測定する。本測定の原理を図III.2-1-1-④-2に示した。

逆バイアス時のPL強度の測定

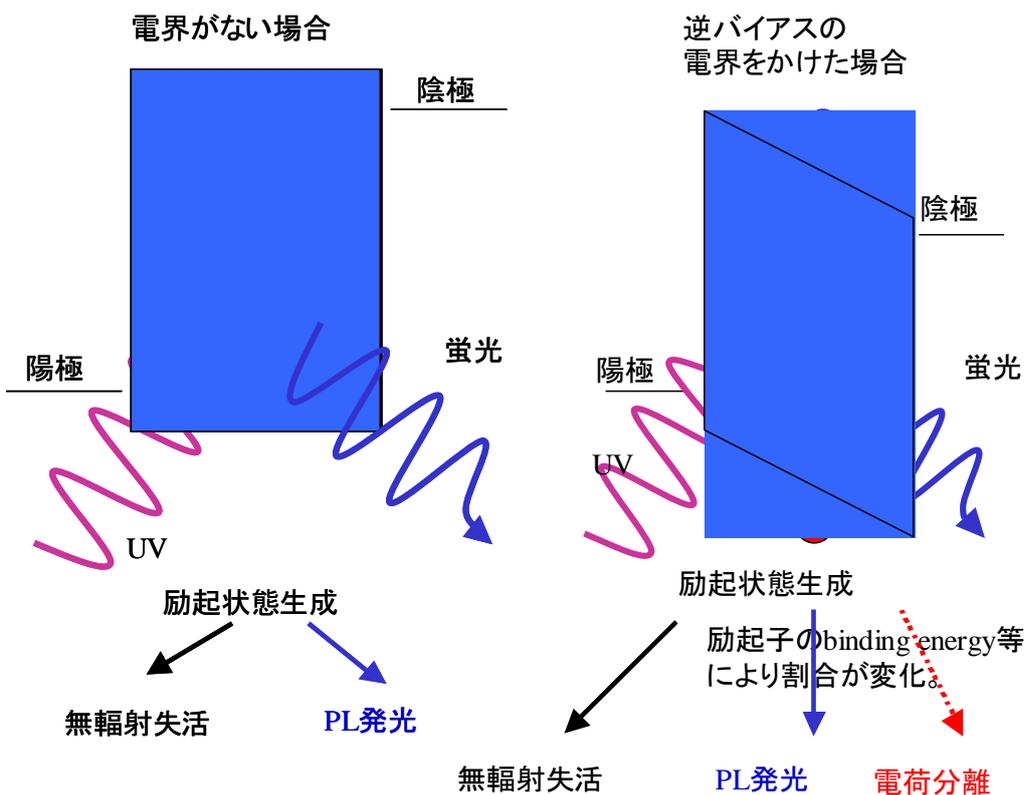


図 III.2-1-1-④-2. 逆バイアス印加時の蛍光強度測定の測定原理（結合エネルギーの評価）

本測定法は、励起光を照射することによって、発光層に励起子を生成させ、この励起子に電界をかけることによって、励起子から電子と正孔の電荷分離を生じさせるという、光電変換の原理を適用したものである。電荷分離を起こした励起子は、蛍光を示さないことから、電界強度を変えることで、PL強度を変化させることが出来る。結合エネルギーの大きな材料ほど電荷分離を起こしにくく、電界強度に

よる蛍光強度の減少の程度が小さいと考えられる。

この測定方法は、結合エネルギーの定量的な評価は出来ないが、材料による結合エネルギーの大きさの相対比較には、十分適用可能であると考えられる。また、評価に必要な素子は、新たに作成する必要はなく、通常の方法の有機EL素子評価用に作成した素子をそのまま適用できることから、非常に効率的に材料が有する結合エネルギーの相対値の比較が可能である。

この測定によって得られた結果を、図 III. 2-1-1-④-3 に示した。これは、フルオレン誘導体と芳香族アミンの共重合体において、芳香族アミン種を変えたときの、逆バイアス印加電圧とそのときに得られる PL 強度の変化の違いを比較したものである。共重合する芳香族アミンによって、PL 強度の電圧依存性が大きく異なることが分かる。この PL 強度の変化量の小さいユニットが、結合エネルギーの大きな材料であり、高分子有機EL素子としたときに、高い効率を与えることが予想される。実際、これらの発光材料を用いた場合の EL 素子での発光効率（外部量子収率）を表 III. 2-1-1-④-1 に示したが、PL 強度の電圧依存性の小さな材料の方が、高効率であることが分かった。

逆バイアス (PL 強度測定)

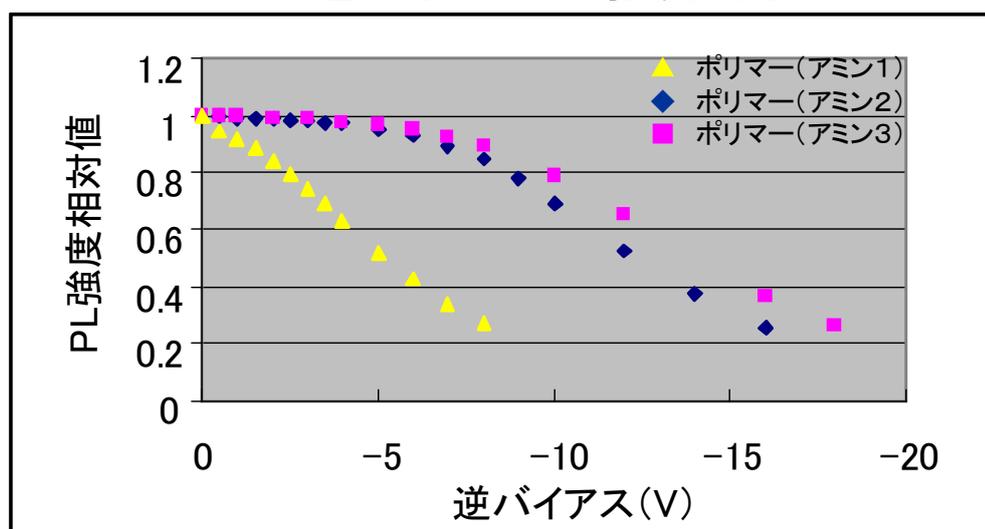


図 III. 2-1-1-④-3. 逆バイアス印加時の PL 強度のアミン共重合体による違い

表 III. 2-1-1-④-1. アミン共重合を用いた高分子有機 EL 素子の外部量子収率

	外部量子収率 (%)
ポリマー (アミン 1)	2.7
ポリマー (アミン 2)	5.0
ポリマー (アミン 3)	5.6

ロ. 電荷のバランスに関する検討

上述したように、正負の電荷のバランスを制御することは、高性能な高分子EL発光材料を得るためには、非常に重要である。本プロジェクトでは、様々な正孔注入・輸送を与えるユニットと電子注入・輸送を与えるユニットの探索を行った。

正孔注入・輸送を担うユニットとして、通常の場合芳香族アミンが用いられる。本プロジェクトでは、種々の芳香族アミンを開発した。

これらのアミンをフルオレンと共重合させ、ユニットとしての正孔注入性を評価した。正孔注入性は、材料の有するHOMO（最高占有分子軌道）が指標となるが、その測定を光電子分光測定装置（AC2：図 III. 2-1-1-④-4）を用いて行った。その結果を表 III. 2-1-1-④-2 に示す。探索したユニットは5.7～5.1 eVのHOMO準位を有することが分かる。



図 III. 2-1-1-④-4. 光電子分光装置（AC2）

表 III. 2-1-1-④-2. フルオレン-アミン共重合体のHOMO-LUMO準位

アミン	HOMO	LUMO*	LUMO**
アミン1	5.17	2.45	2.34
アミン2	5.18	2.27	2.59
アミン3	5.23	2.21	2.67
アミン4	5.30	2.21	2.48
アミン5	5.35	2.18	2.50
アミン6	5.43	2.29	2.57
アミン7	5.51	2.21	2.46
アミン8	5.46	2.24	2.60

*HOMOレベルと吸収端から求めたLUMO

**CV法の還元電位から求めたLUMO

また、これらのユニットの正孔注入性をより素子に近い状態で比較するために、正孔オンリー素子を作成し、その電流-電圧曲線から、芳香族アミンの正孔輸送能を評価した。その結果を図 III. 2-1-1-④-5 に示す。ここに示す通り、様々な正孔注入性を有するユニットを開発することが出来た。

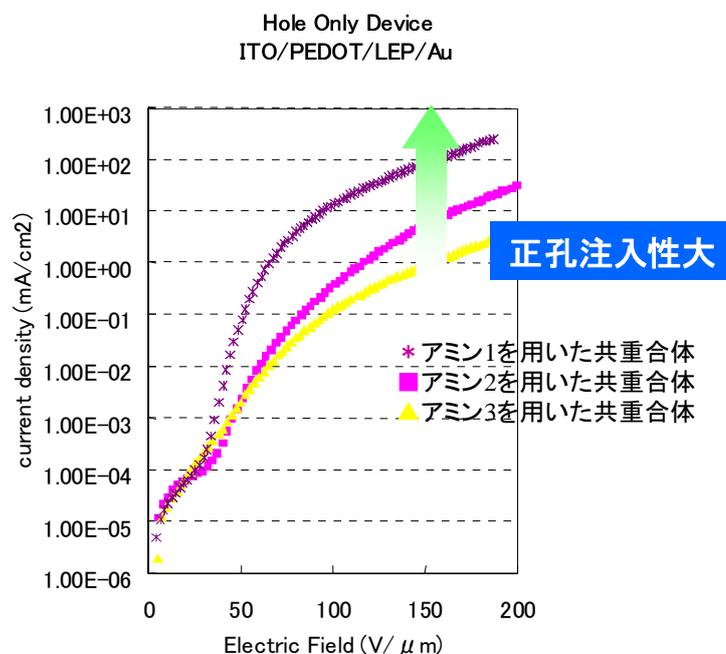


図 III. 2-1-1-④-5. 種々の芳香族アミン共重合体の正孔オンリー素子の電流-電界曲線

また、正孔注入・輸送特性は、ユニットの共重合比率によっても大きく変化させることが可能である。図 III. 2-1-1-④-6 には、芳香族アミンの共重合比率とタイムオブフライト法によって測定した正孔の移動度との関係を示した。正孔の移動度は、アミンの組成比によって、 $10^{-7} \sim 10^{-3} \text{cm}^2/\text{Vs}$ の4桁の範囲で制御できることが分かる。また、移動度は5～10%のところ最低となる。一方で、同じ共重合体を用いて、通常の発光素子（バイポーラ素子）を作成したところ、正孔の移動度が極小になった組成比で、最大の発光効率を与えることが分かった（図 III. 2-1-1-④-7）。正孔の移動度が発光効率に強い影響を与えることが分かる。

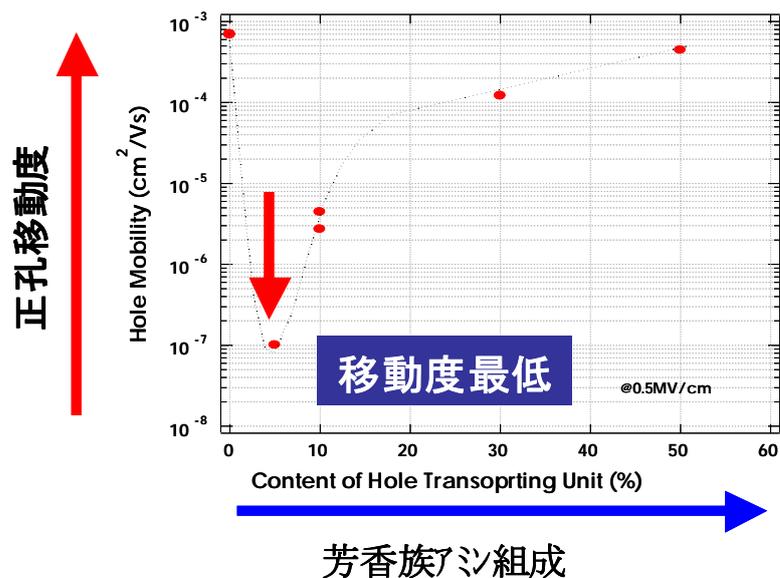


図 III.2-1-1-④-6. 芳香族アミン誘導体の組成比と移動度 (TOF 法)

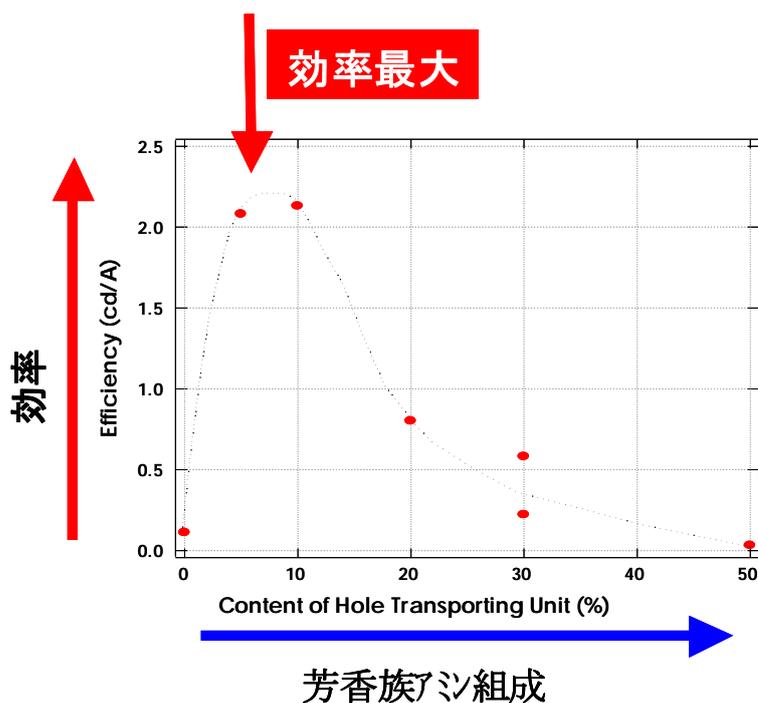


図 III.2-1-1-④-7. 芳香族アミン誘導体の組成比とバイポーラ素子の効率

電子注入・輸送に与るユニットの電子注入・輸送機能は、正孔の評価の場合と同様に、電子オンリー素子を作成し、評価した。その結果を図 III.2-1-1-④-8 に示した。

上述の劣化解析の結果から、素子駆動中には電子注入の変化が、素子としての劣化の一つの要因であることがわかっており、電子注入性の高いユニットを探索していくことは高効率化と同時に長寿命

化に対しても非常に重要である。

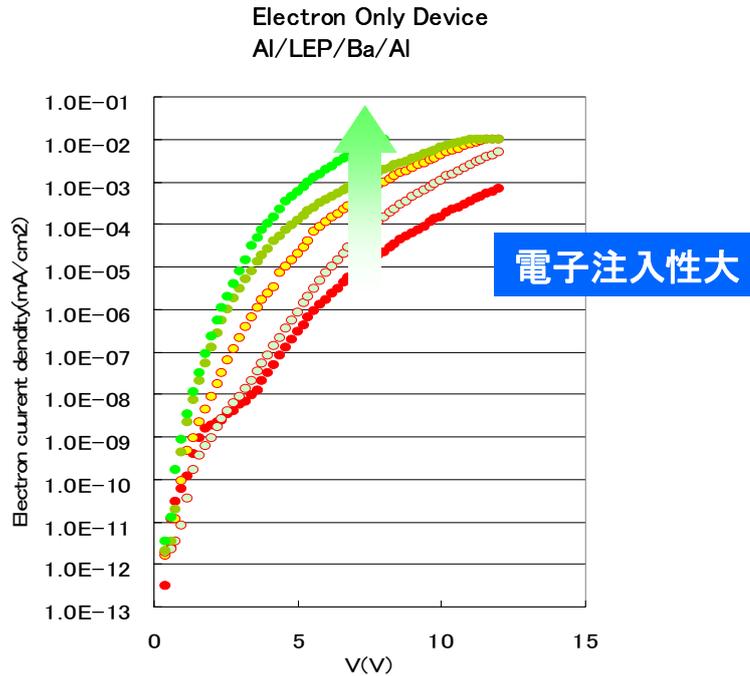


図 III. 2-1-1-④-8. 種々の高分子発光材料を用いた電子オンリー素子の電流－電圧曲線

以上のように、それぞれのユニット毎の電荷注入・輸送能を評価し、その組成比依存性から、適切なユニット適切な比率で組み合わせることにより、電荷のバランスを制御できる可能性が示され、この指針に則って材料開発を進めた。

ハ. 高い量子収率を有するユニットの探索

高発光効率の高分子発光材料を得るためには、薄膜状態において本質的に高い量子収率を有する発光材料を探索する必要がある。そこで、本プロジェクトでは、積分球を用いて合成した種々の高分子発光材料の薄膜の絶対量子収率を測定した。(図 III. 2-1-1-④-9)

本プロジェクトで検討した高分子発光材料は、いずれも、ほぼ50～70%の範囲の量子収率を与えており、まだまだ改善の余地があるものの、比較的高い量子収率を有していることが分かった。

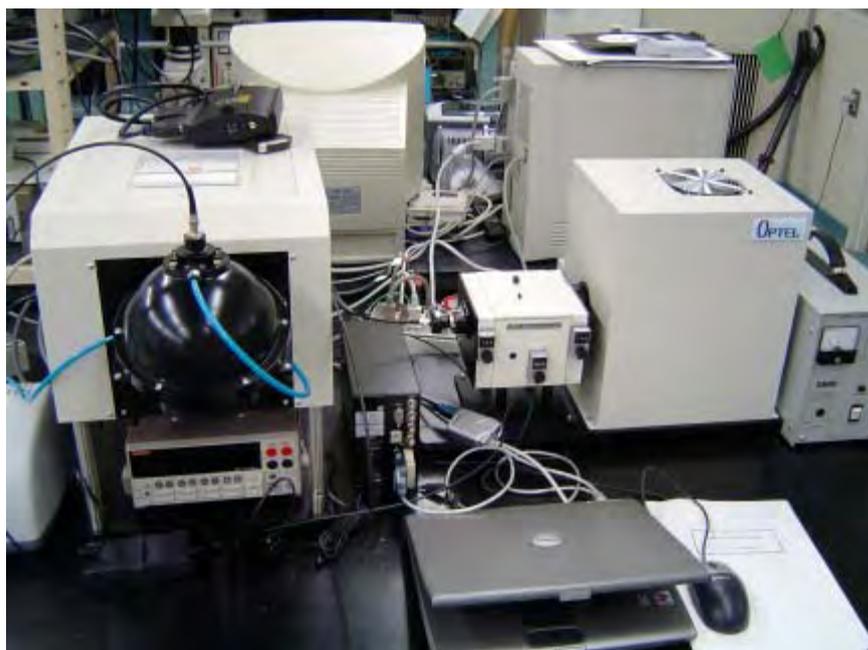


図 III. 2-1-1-④-9. 絶対量子収率測定装置

一方で、芳香族アミン誘導体は比較的低い量子収率を有することが分かった。図 III. 2-1-1-④-10 には、フルオレン誘導体と芳香族アミン誘導体の共重合体において、芳香族アミンの組成比と薄膜の量子収率のプロットした。これから分かるように、芳香族アミン誘導体は、組成比が高くなるほど、量子収率が低くなる。芳香族アミンは、正孔注入・輸送に関わるユニットであり、電荷のバランスを取るといふ点で、非常に重要であるが、量子収率という観点からは、その組成比は最小限に抑える必要があることを示唆している。発光効率は、上述したように電荷のバランスなどの複雑な因子によって決まるため、一概に芳香族アミンの組成比が高いところでの量子収率の低下が、効率の低下に繋がるということはないが、一つの要因となっていることを示している。

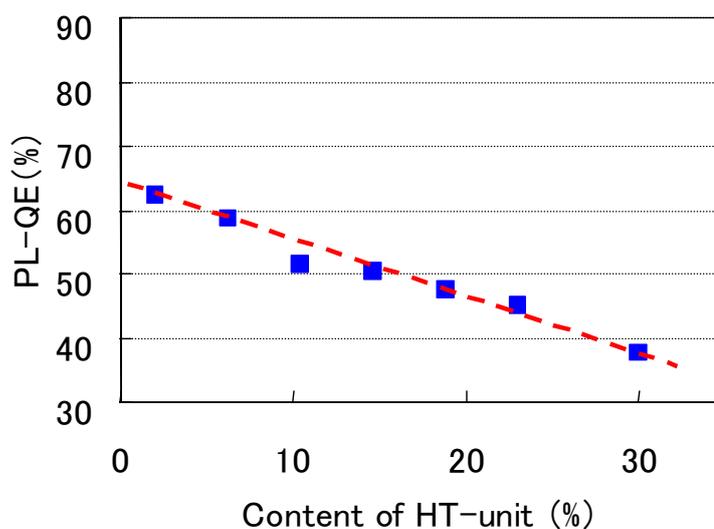


図 III. 2-1-1-④-10. 芳香族アミン組成比と量子収率

⑤高分子緑色発光材料、赤色材料の開発指針

本プロジェクトでは、上記の高分子青色発光材料の開発指針に従って開発した、高性能な高分子青色発光材料に、緑色もしくは赤色の発光ユニットを導入することで開発を行った。

(図 III.2-1-1-⑤-1)

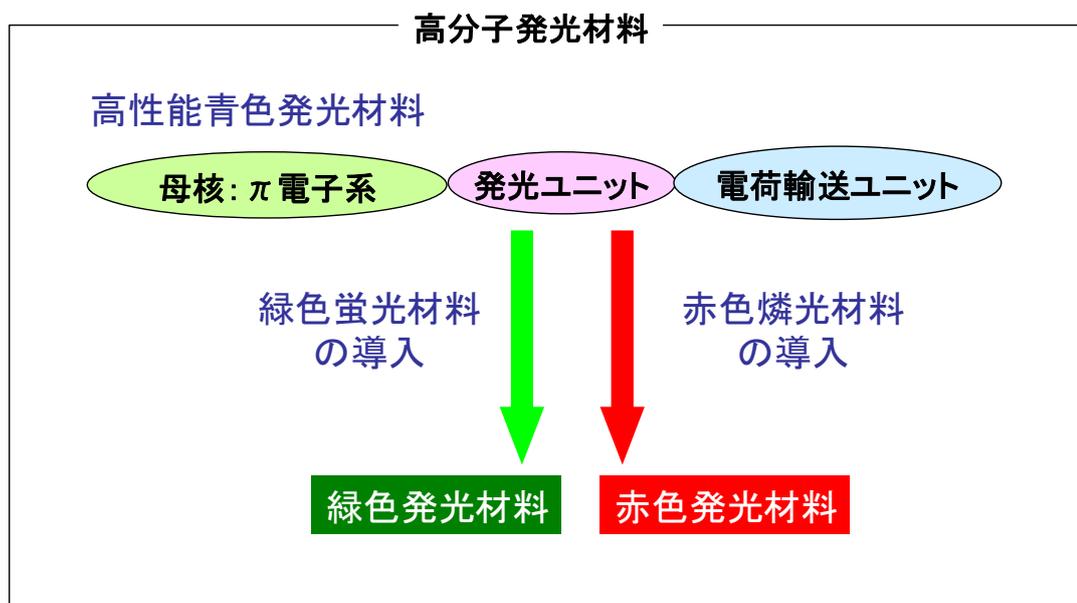


図 III.2-1-1-⑤-1. 高分子青色発光材料の開発の考え方

イ. 高分子緑色発光材料の開発指針

これまで、標準的に用いられてきた高分子有機EL発光材料としての緑色発光材料は、ダウケミカルによって開発されたGreenK2と呼ばれる材料である。この発光材料は、比較的高い発光効率で、長寿命な材料であったが、色純度があまり良くなく、緑材色発光料と言うよりは、むしろ黄緑色の発光材料であった。

そこで、本プロジェクトでは、色純度が高く、かつ高効率・長寿命な高分子緑色発光材料を開発することとした。

上記において開発した、高発光効率、長寿命な青色発光材料に、緑色の発光ユニットを組み込むことを開発方針とした。

発光ユニットの探索のために、種々の公知の蛍光色素並びに新規に開発した発光ユニットを合成し、まずは低分子のままで、青色発光材料に添加し、評価することとした。ここでは、まずは緑色にこだわらず、広く材料を探索することとした。

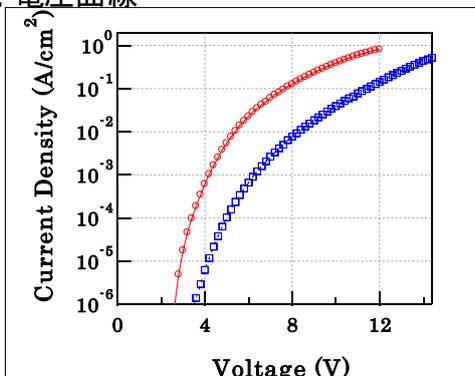
例えば、代表的な緑色蛍光色素であるキナクリドンを上記青色材料に添加した場合の、発光スペクトル、電流－電圧曲線、電流－効率曲線を図 III.2-1-1-⑤-2 に示した。

発光スペクトルは、キナクリドンとほぼ同一であり、非常にきれいな緑色発光を与えることがわかる。一方で、電流－電圧曲線においては、電流量が大きく低下し、結果として、発光効率が低下していることがわかる。

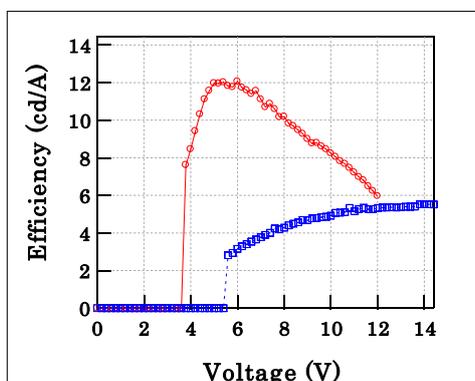
このキナクリドンを添加した系において、バイポーラ素子に加え、電子オンリー素子並びに電子オンリー素子を作成し、その電流－電圧特性を測定した。その結果、電子オンリー素子での電流が大きく減少したのに対し、正孔オンリー素子の電流にはあまり影響を与えない事がわかった。このことから、キナクリドンの場合、バイポーラ素子において、色素の添加によって電子がトラップされていることが推測される。

- 青色材料(無添加)
- 青色材料にキナクリドン1 wt% 添加

a) 電流-電圧曲線



b) 電流-輝度曲線



c) ELスペクトル

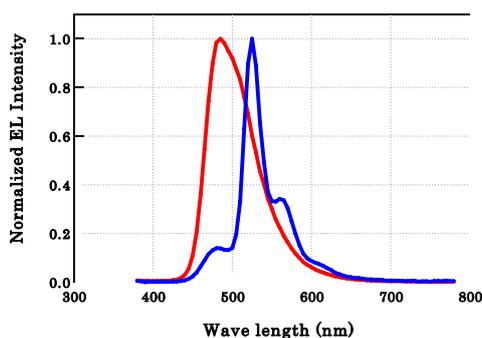


図 III.2-1-1-⑤-2. キナクリドンを添加した系の高分子有機EL素子評価結果

同様に高分子青色発光材料に、種々の色素を各添加し、高分子有機EL素子を作成した。その時の素子特性を図 III.2-1-1-⑤-3 に示した。

図からわかるように、ほとんどの場合、色素からの発光を確認することが出来た。一方で、電流-電圧曲線は、添加する色素によって大きく影響を受けることがわかった。ある色素では、電流が大きく低下するのに対し、他の色素では、電流に対し、あまり大きな影響を与えないことがわかった。また、

電流に影響を与えない色素は、影響を与える色素に比べ、高い発光効率が得られることがわかった。

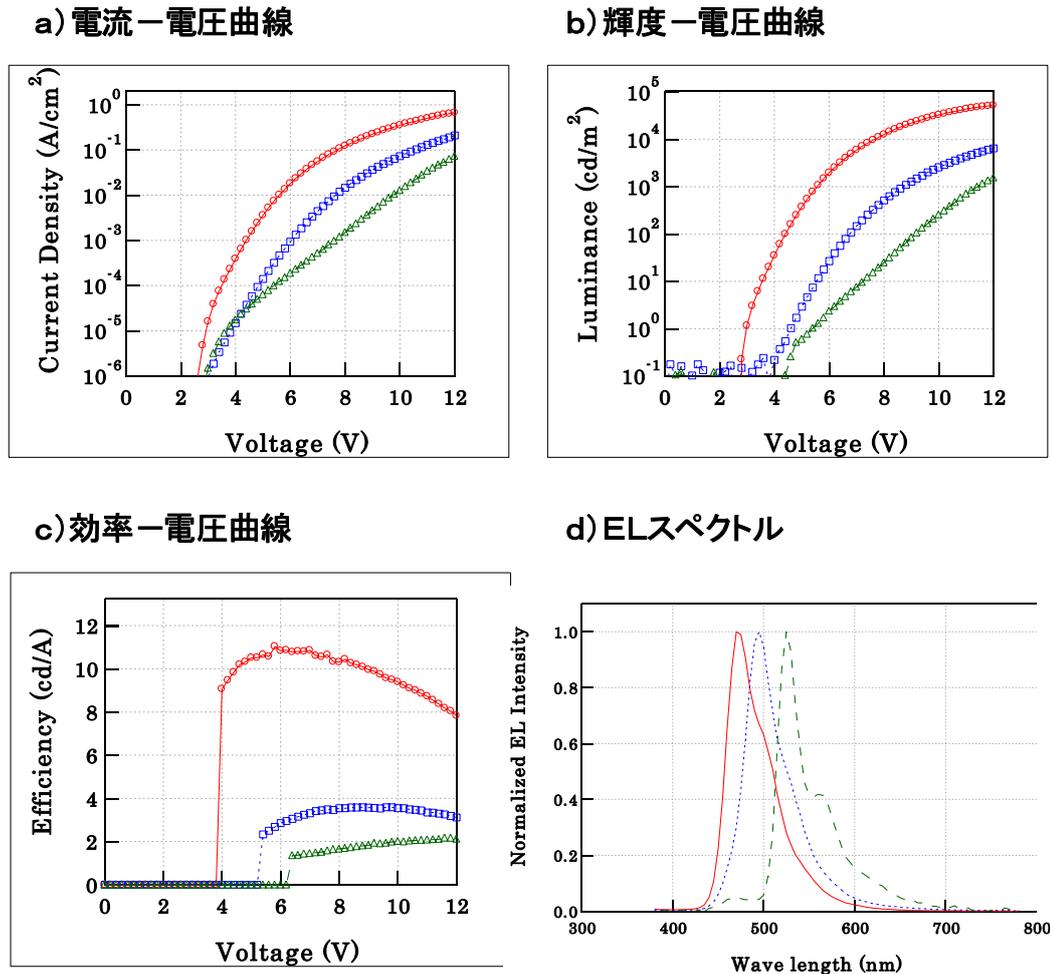


図 III. 2-1-1-⑤-3. 種々の色素を添加した場合は高分子有機EL素子評価結果

高効率な色素を探索するためには、電子をトラップしないものが有効であると考えられた。添加される青色材料と添加する色素分子のLUMO（最低非占有分子軌道）準位の差が大きいほど、電子のトラップの効果が大きいと思われることから、色素分子のLUMO準位に着目した探索を行った。

その結果、添加によって、ほとんど電流量の変化しない色素を見出した。この色素を高分子へ導入し、組成を最適化した結果、色純度がよく、高発光効率、長寿命な緑色発光材料を見出すことが出来た。

ロ. 高分子赤色発光材料の開発指針

従来から、高分子赤色発光材料は、色純度も良く、長寿命の材料が知られていたが、最大の課題は、発光効率が低いことであった。ディスプレイは、赤色はその消費電力の半分を占めるとされており、高効率な赤色材料を開発することが急務であった。

燐光材料を利用することにより、高効率化が得られることは従来より知られており、最近Ir錯体を

中心として、精力的な研究開発が行われている。

本プロジェクトにおいても、高効率な赤色発光材料を開発する上では、燐光性発光材料の適用が一つの選択肢であると考え、開発を行った。

燐光は、化合物の励起 3 重項状態からの発光であるが、通常の典型元素から構成される有機化合物では、室温では 3 重項状態からの発光は観測されず、励起 3 重項状態から基底状態への遷移は発光を伴わず失活し、発光は低温においてのみ観測される。Ir 錯体に代表される遷移金属を含むある種の金属錯体において、室温で 3 重項からの発光が観測されることは知られており、このような金属錯体を発光材料として用いることにより、高効率な EL 発光を得ることができる。

通常の蛍光材料では、有機 EL 素子中で励起 1 重項状態と励起 3 重項状態が生成し、この比率は、統計確率的に 1 : 3 であるとされている。励起 3 重項状態からは、上述したように、発光は起こらないので、蛍光材料では、励起エネルギーのうち 75% は光として取り出せないことになる。一方で、燐光性材料の場合、75% の励起 3 重項状態からの発光が利用でき、また、このような錯体では、励起 1 重項状態から 3 重項状態への項間交差が効率よく起こるので、理論上励起状態から発光が 100% 起こる可能性があり、高効率な発光材料となりうる。(図 III.2-1-1-⑤-4)

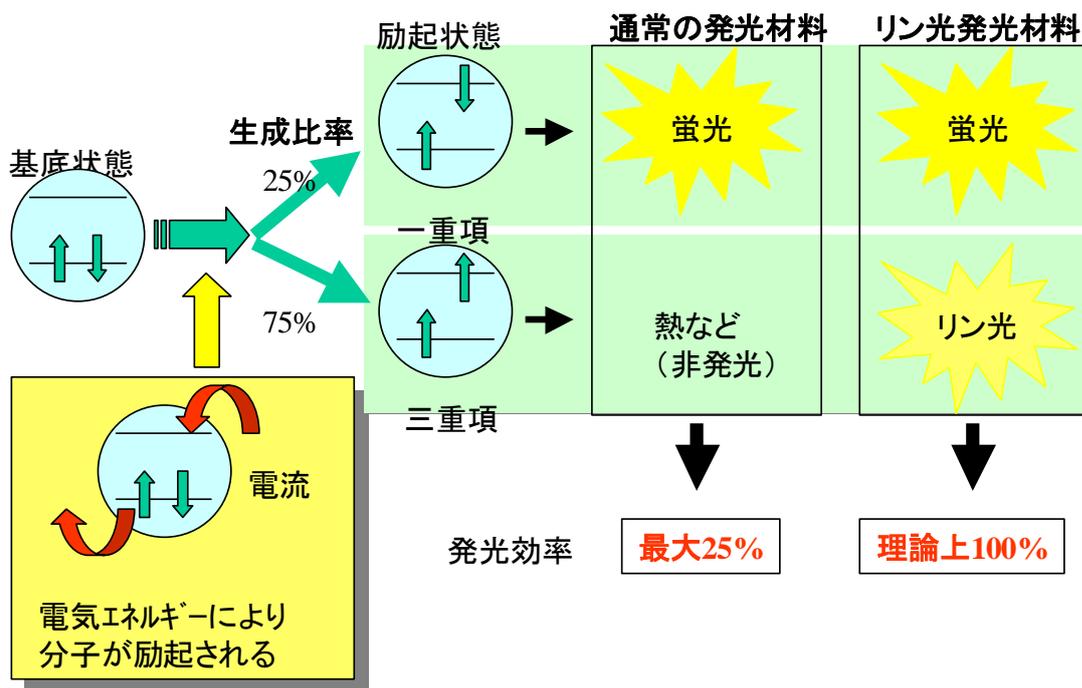


図 III.2-1-1-⑤-4. 燐光発光の利用の意義

燐光性発光錯体を有機 EL 素子への応用は、まずは低分子系にて行われた。低分子有機 EL 素子では、通常の蛍光発光を利用するときと同様に、発光層としてホスト材料に燐光性金属錯体を微量にドーピングする方法が取られる。このとき、ホストに求められる特性としては、蛍光発光を利用する場合と同様に、電荷を輸送することが必要であるが、それに加えて、燐光性金属錯体の最低 3 重項励起状態 (T1 準位)

よりも高い T1 準位を有することである。

図 III.2-1-1-⑤-5 にその発光機構を示した。電子と正孔がホスト材料上で再結合し、ホスト材料の励起 1 重項状態から錯体の励起 1 重項状態へエネルギー移動し、次いで錯体上で項間交差が生じ、発光に至る過程が考えられる。また、同様に、ホスト材料の励起 3 重項状態から錯体の励起 3 重項状態へのエネルギー移動も生じ、発光に至る過程も考えられる。更に、錯体上で電荷が再結合し、燐光錯体の励起 1 重項状態と励起 3 重項状態が生成した後、励起 1 重項状態から励起 3 重項状態へ項間交差し、励起 3 重項状態から発光へいたる過程も考えられる。

いずれの過程を経たとしても、ホスト材料の励起 3 重項準位が発光に参与する燐光錯体のそれよりも低い場合は、燐光発光材料の励起 3 重項状態から、ホスト材料の励起 3 重項状態への逆エネルギー移動が起き、ホスト材料は励起 3 重項状態からの発光は示さないで、高効率な発光を得ることが出来ない。

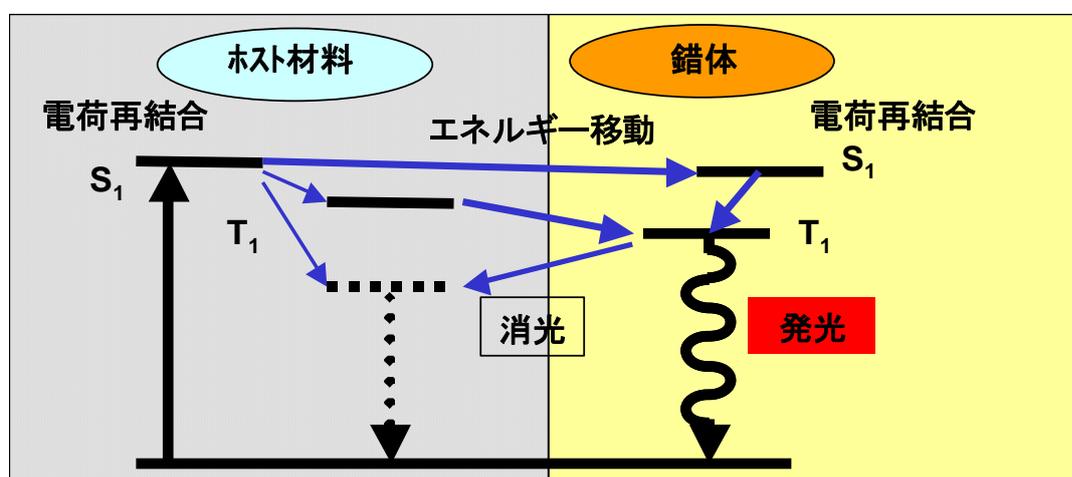


図 III.2-1-1-⑤-5. 燐光発光材料の発光機構

燐光発光材料を、高分子有機 EL 素子に適用する場合でも、発光材料よりも高い励起 3 重項状態を有する高分子材料を探索することが必須である。

そこで、本プロジェクトでは、開発した青色発光材料の中から、高い励起 3 重項状態を有する高分子発光材料の探索を行った。

燐光材料の適した高分子設計においては、分子軌道法によって、高分子の励起 3 重項状態のエネルギー (T1 準位) を予測することができれば、極めて強力な、有力なツールと成り得る。

そこで、分子軌道法を用いた T1 準位の計算を行なった。

図 III.2-1-1-⑤-6 には、本プロジェクトで用いた分子軌道法による計算値と錯体の励起 3 重項状態の実測値 (文献値を含む) を、図 III.2-1-1-⑤-7 には、高分子材料の励起 3 重項準位の計算値実測値との相関例を示した。これから分かるように、実測値と計算値は非常によく一致していることから、分子軌

道計算が材料探索の強力な武器になることが分かる。

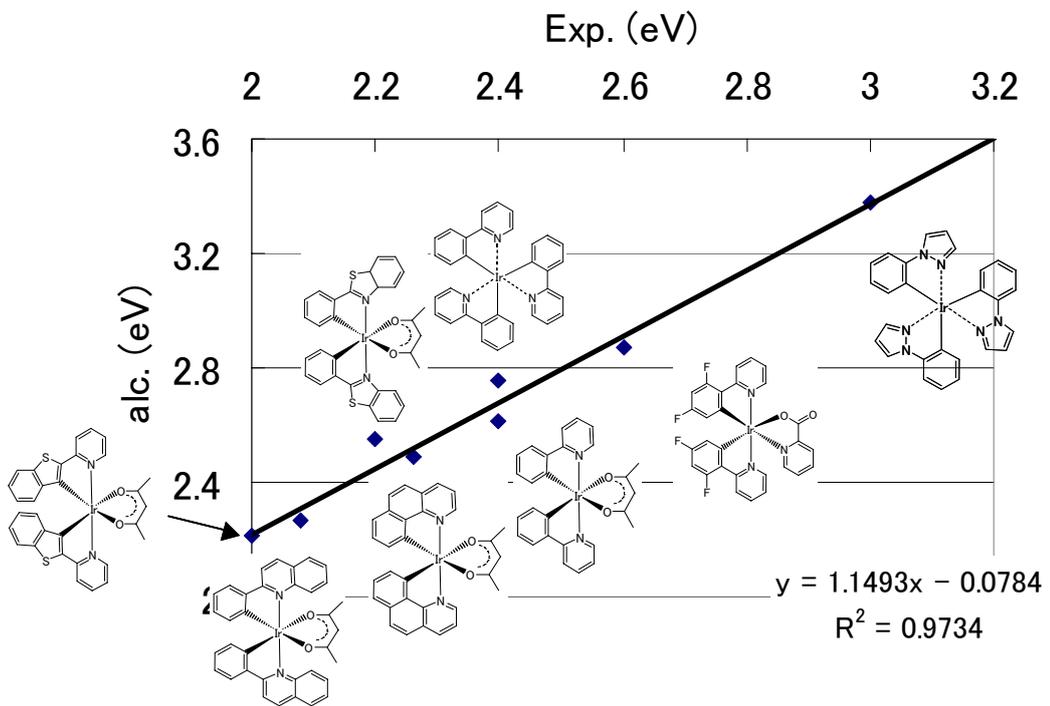


図 III. 2-1-1-⑤-6. 金属錯体の励起 3 重項準位 実測値と計算値の相関

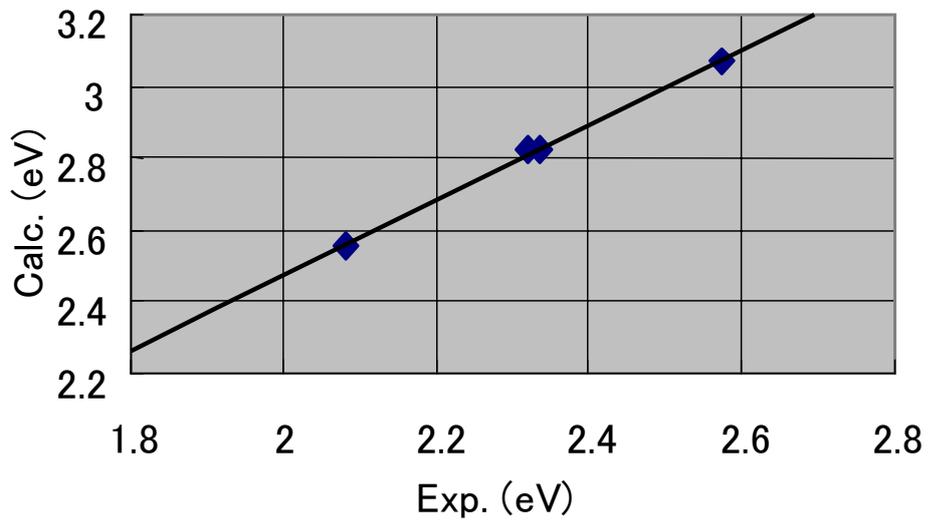


図 III. 2-1-1-⑤-7. 高分子発光材料の励起 3 重項準位 実測値と計算値の相関

計算で得られた励起 3 重項準位を、実験的手法により確認した。手法としては、種々の高分子発光材

料に、赤色の燐光を有する Ir 錯体を添加し、その薄膜状態でのフォトルミネッセンス (PL) 量子収率の測定を行い、高分子発光材料の励起 3 重項準位との関係をプロットした。赤色燐光の励起 3 重項準位より高いエネルギー 3 重項準位を有する高分子ホストを用いた場合に、高い PL 量子収率が得られている。これは、上述したように、錯体よりも高い励起 3 重項状態を有する高分子では、錯体から高分子材料へのエネルギー移動は起こらないためである。このようにして、燐光材料に適した青色の高分子材料の探索が可能であることを確認した。(図 III.2-1-1-⑤-8)

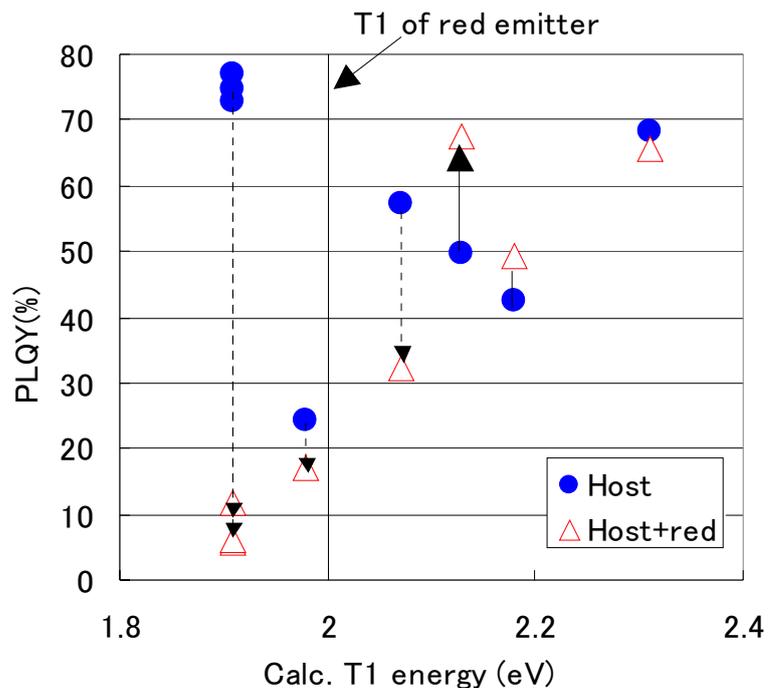


図 III.2-1-1-⑤-8. 高分子発光材料の励起 3 重項準位と PL 量子収率

⑥ 高分子有機 EL 素子の長寿命化の検討

イ. 電気化学的安定性

高分子発光材料は、その発光機構から、電荷を受け取り、輸送する性質が必要である。陽極から正孔を受け取った時には、発光材料はカチオンラジカル状態となり、輸送に伴い、カチオンラジカル状態と中性状態を繰り返す。反対に、陰極からの電子の場合には、アニオンラジカル状態と中性状態を繰り返すこととなる。即ち電子的な酸化還元に対し安定である必要がある。

この電気化学的な安定性の評価を、サイクリックボルタンメトリー法 (CV法) を用いて行った (図 III.2-1-1-⑥-1 および図 III.2-1-1-⑥-2)。CV法は通常の場合、材料の有する酸化・還元電位を測定するのに用いるが、ここでは、酸化・還元サイクルを複数回繰り返し、そのサイクルの安定性 (サイクル特性) を見ることで、材料の電気化学的な安定性を評価した。

CV法は、作用電極と対極を、支持電解質を溶かした電解液につけ、作用極と対極の間に電圧を掛け

ることにより、材料の酸化還元挙動を評価する。電解液に評価する材料を溶解させる場合と、作用極に薄膜を形成して測定する場合があるが、ここでは、より高分子有機EL素子の状態に近いと考えられる薄膜状態での測定を行った。電解液には、通常の高分子発光材料が溶解しないアセトニトリルを用いた。

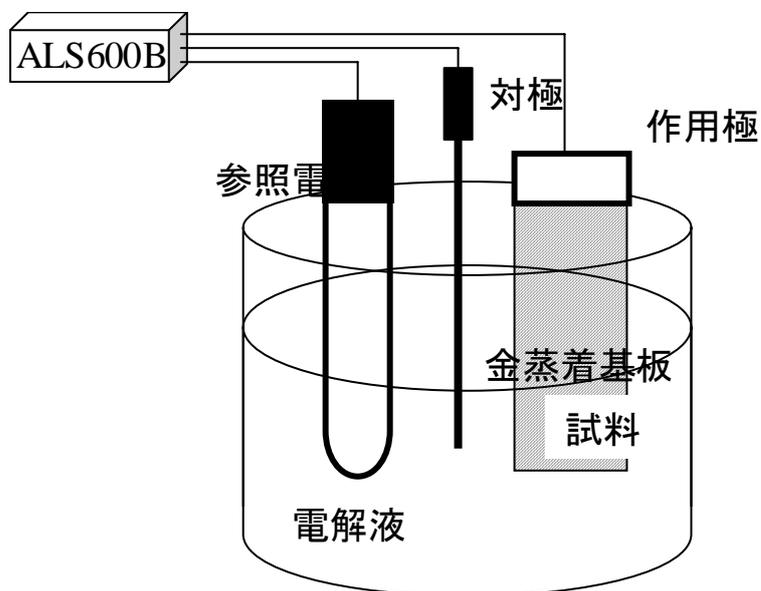


図 III.2-1-1-⑥-1. サイクリックボルタンメトリー (CV) 法の測定系

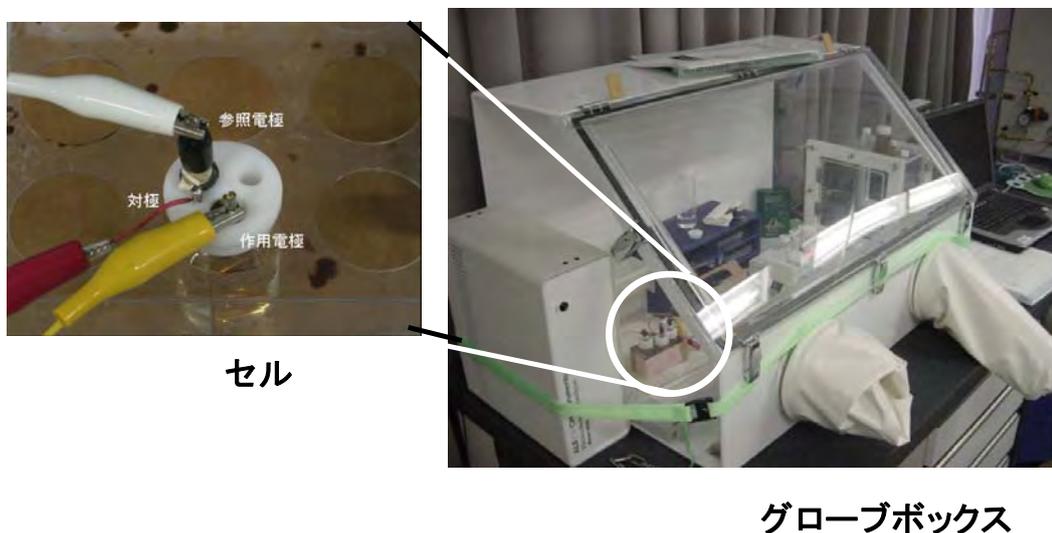


図 III.2-1-1-⑥-2. サイクリックボルタンメトリー装置

図 III.2-1-1-⑥-3 および図 III.2-1-1-⑥-4 にポリフルオレンホモポリマーのCV法によるサイクル特性の結果を示した。ポリフルオレンは、還元に対し、良好なサイクル特性を有するのに対し、酸化に対しては、比較的不安定であることを示している。

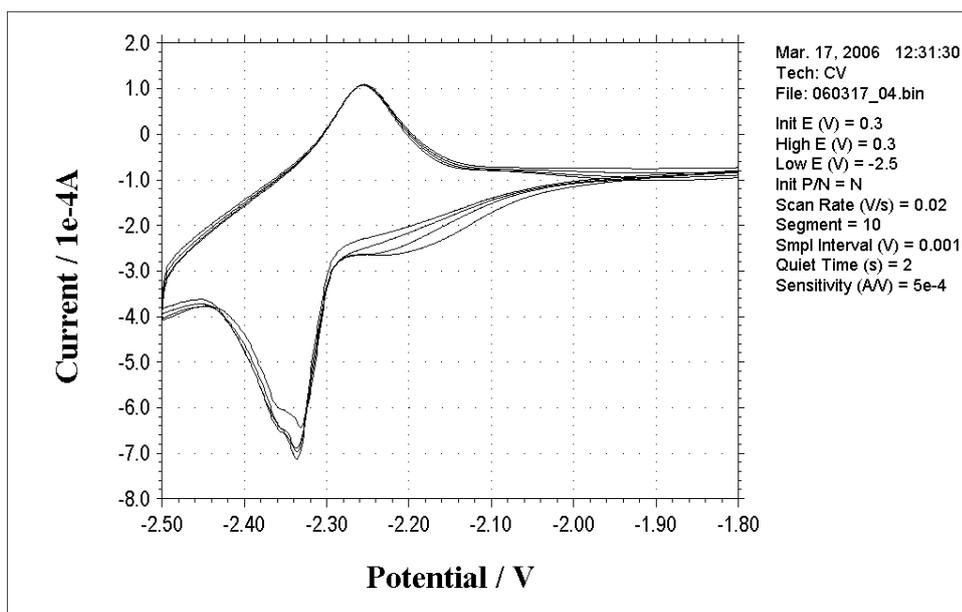


図 III.2-1-1-⑥-3. フルオレンホモポリマーの還元サイクル特性

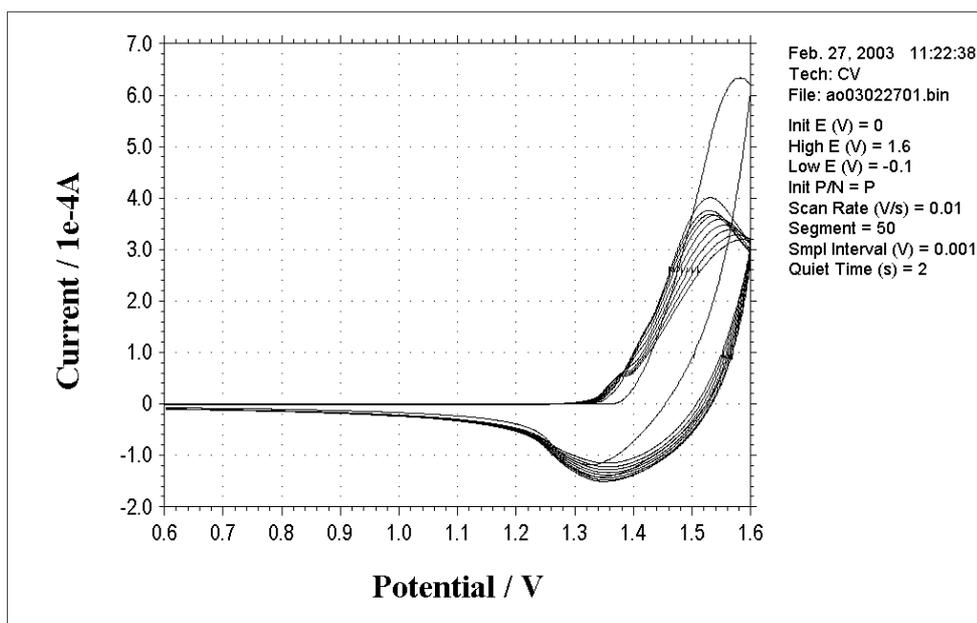


図 III.2-1-1-⑥-4. フルオレンホモポリマーの酸化サイクル特性

一方で、芳香族アミン共重合体は、酸化サイクルに対し安定な化合物であるのに対し、還元サイクルに対しては不安定であるとされている。図 III.2-1-1-⑥-5 と図 III.2-1-1-⑥-6 にフルオレンアミン共重合体の CV 法によるサイクル特性を示した。ここからわかる様に、この共重合体は酸化に対してはサイクル特性がよく安定であるのに対し、還元に対しては、サイクル性が悪く、不安定であるということが出来る。

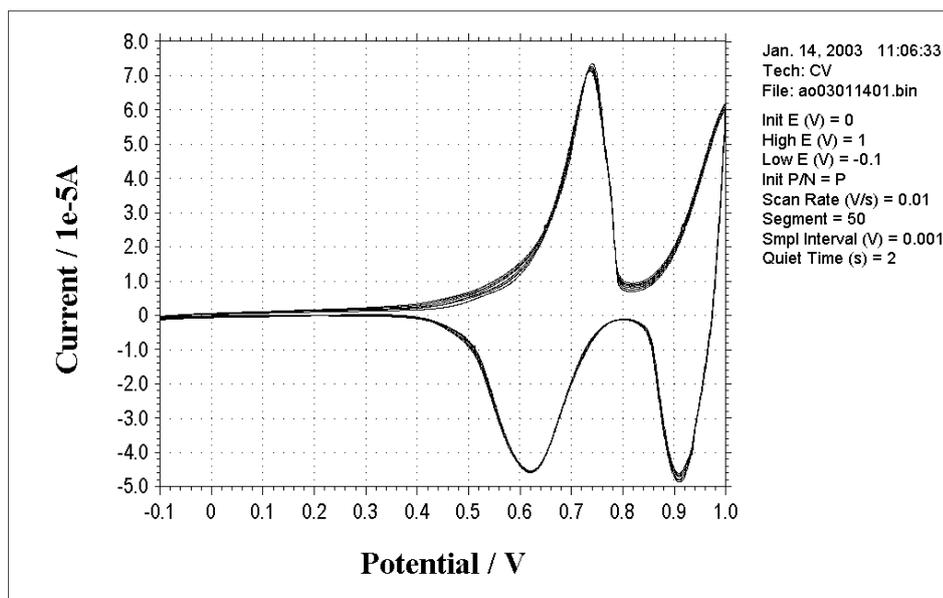


図 III.2-1-1-⑥-5. フルオレン-アミン共重合体の酸化サイクル特性

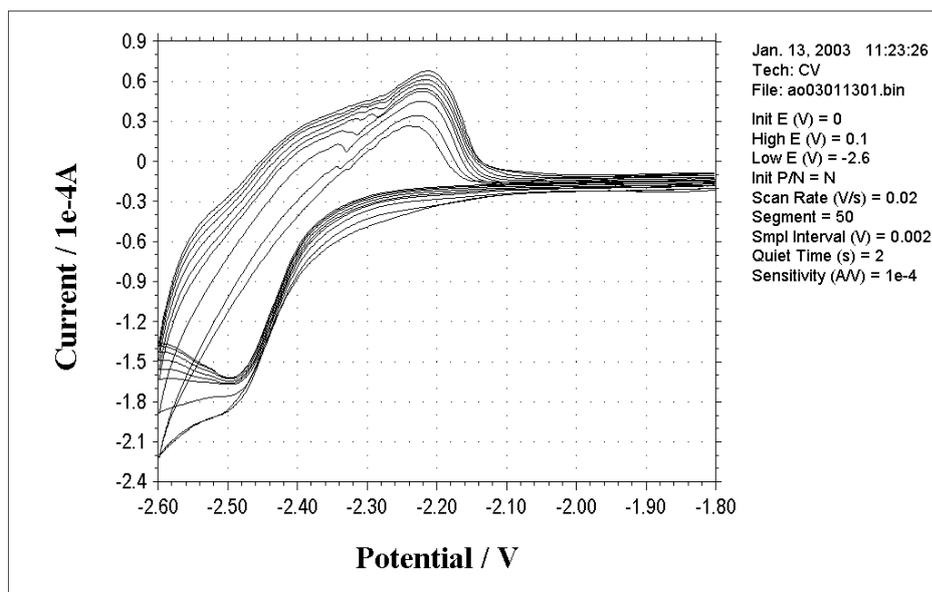


図 III.2-1-1-⑥-6. フルオレン-アミン共重合体の還元サイクル特性

このサイクル特性を電気化学的な安定性の指標として用い、種々の共重合体を探索した。その結果、アミンを有する共重合体でも、組成比や共重合相手によって、還元に対して安定な共重合体を得ることが出来た。その例を図 III.2-1-1-⑥-7 に示す。

この共重合体においては、アミンの共重合体相手が還元サイクル、芳香族アミンユニットが酸化サイクルの役割を担い、酸化・還元の両方に対して安定化していると推測される。

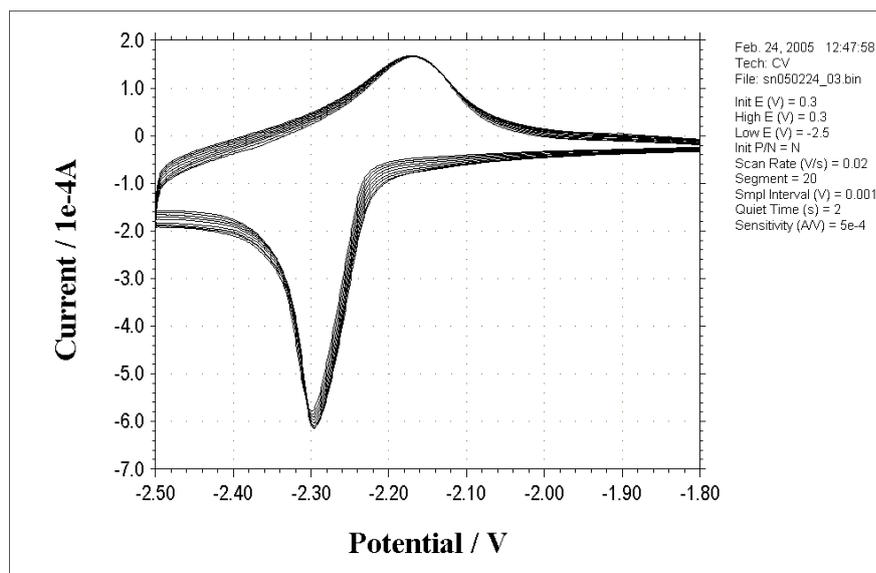


図 III. 2-1-1-⑥-7. 還元サイクル特性の良好なアミン共重合体

このようにして様々なユニットを合成し、還元に対して安定なユニットや酸化に対して安定なユニットの分類を行い、共重合ユニットを適切に組み合わせることで、酸化にも還元にも安定な高分子発光材料を得ることが出来た。

ロ. 高分子有機 EL 発光素子の劣化挙動の解析

長寿命な高分子 EL 発光材料を開発するためには、劣化が何によって引き起こされているのかを知ることが非常に重要である。素子駆動中の劣化は、駆動中に発光効率が低下していく現象である。

発光効率の低下には、発光材料自身の劣化と素子の劣化の 2 つの要因が考えられる。発光材料自身の劣化は以下の原因が想定される。

- 電荷の輸送に伴う、アニオンラジカルやカチオンラジカルからの劣化
- 励起状態からの劣化
- 正孔注入材料である PEDOT が強酸性の化合物であることから、PEDOT と何らかの化学反応を起こす可能性や、PEDOT からイオン性の不純物が駆動中に発光層へ移動し、劣化を引き起こす可能性
- 陰極金属による発光材料へのドーピング等の化学変化。
- 物理的变化（モルフォロジー、会合状態の生成）

また、発光材料の劣化は、電極からの電荷の受取や移動に変化をもたらすことが考えられ、有機 EL 素子としての電荷のバランスが変化していくことが考えられる。さらに、劣化が量子収率の低下や消光中心の生成につながる場合は、直接 PL 強度が低下し、発光効率が低下する可能性もある。これまで、発光材料の駆動中の変化としては、PEDOT 界面に有機溶媒に不溶の成分が生成することや、PL 強度

が低下することが知られている。

素子の劣化としては、以下の原因が想定される。

- ・陰極と発光層の界面の変化に伴う電子注入障壁の変化
- ・陽極（PEDOT）と発光層の界面の変化に伴う正孔注入障壁の変化
- ・電荷の注入・輸送の変化に伴い、電荷のバランスが変化し、発光領域が陰極近くになることによる、励起子の陰極による消光が生じる。

電極界面の変化は、例えば陰極が酸化されることや、金属が発光層中に拡散することによって、注入障壁が変化していくことも考えられる。

劣化の要因に関して、図 III.2-1-1-⑥-8 にまとめた。

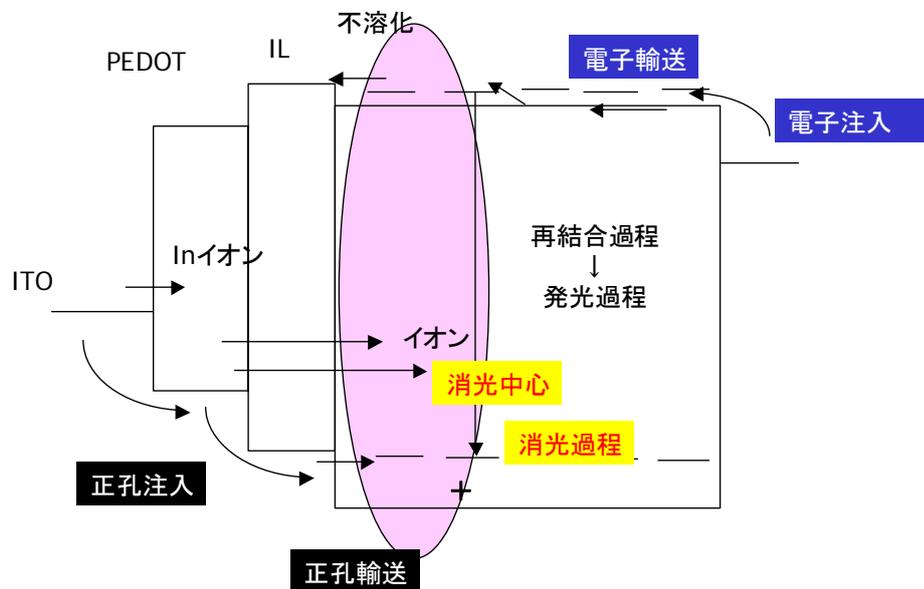


図 III.2-1-1-⑥-8. 高分子有機 EL 素子の劣化機構

いずれにしても、これらの変化は、非常に複雑であり、複合的に関わりあって、駆動中に発光効率が低下するという現象を引き起こしており、この原因を解明して行くことは非常に難しい。しかしながら、劣化機構の解明は、高分子発光材料を開発する上で必須と考えられ、本プロジェクトにおいて、種々の検討を行った。

イ. 高分子青色発光材料の劣化挙動

高分子有機 EL 素子の劣化挙動を、青色発光材料を例にとって解析した結果を以下にまとめた。図 III.2-1-1-⑥-9 は、定電流駆動したときの輝度並びに電圧の経時変化を測定した結果を示したものである。

図からわかるように、駆動に伴い、輝度が減少し、これに伴い、駆動電圧の上昇が観測された。

劣化挙動を詳細に検討するために、駆動によって EL 輝度を初期輝度の 80%、60%、40%、20%までに劣化させた素子（劣化素子）を 4 種類作成した。（図 III.2-1-1-⑥-10）

素子構造は、以下の通り。

ITO/PEDOT/IL/発光層/Ba/Al
(IL: インターレイヤー)

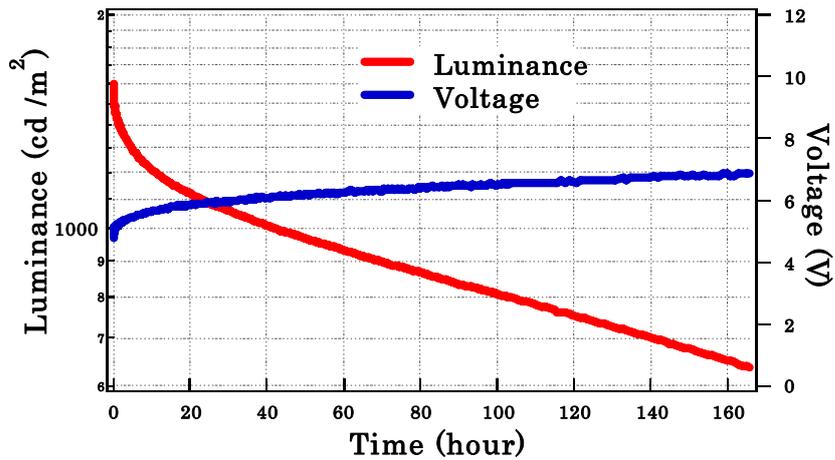


図 III.2-1-1-⑥-9. 高分子青色発光材料の素子駆動中の輝度減少と電圧上昇（寿命試験）

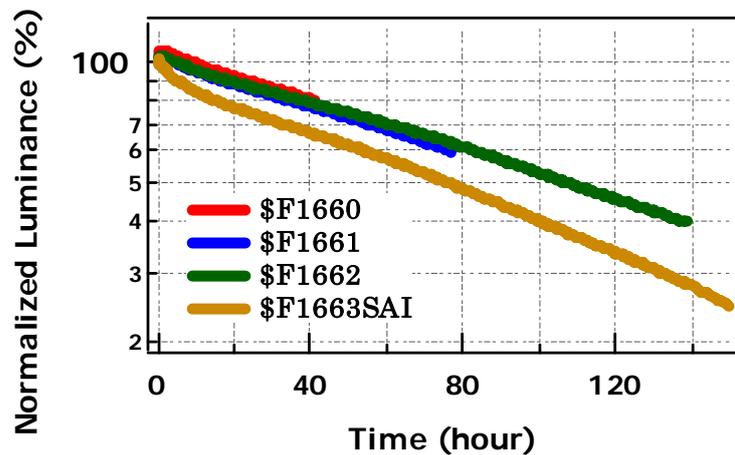


図 III.2-1-1-⑥-10. 高分子青色発光材料の劣化素子
(80%、60%、40%、20%輝度減少素子)

図 III.2-1-1-⑥-11 は、上記の劣化素子の EL 輝度と、それぞれの素子の PL 強度を測定し、駆動時間に対してプロットした図である。ここからわかるとおり、EL 輝度劣化の原因の一つが、発光材料の PL

強度の減少であることがわかる。また、逆に EL の輝度劣化を PL 強度の低下で、全て説明することは出来ず、その他の要因もあることがわかる。

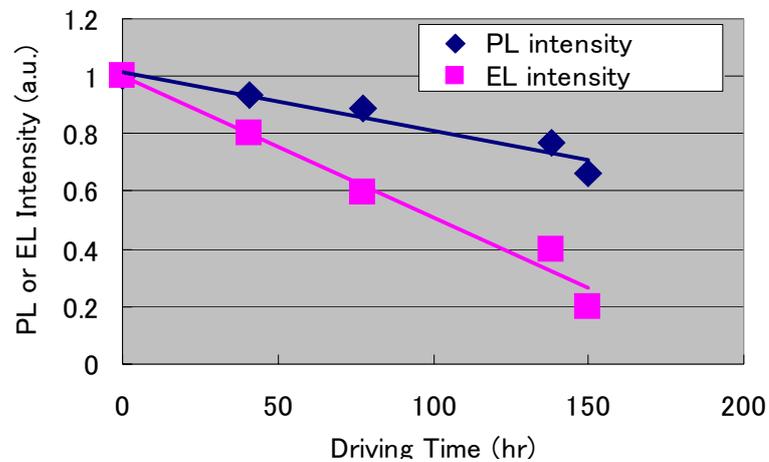


図 III.2-1-1-⑥-11. 高分子青色発光材料の駆動中における EL 輝度と PL 強度の低下

これらの劣化素子の EL スペクトルと PL スペクトルを測定した結果を、図 III.2-1-1-⑥-12、図 III.2-1-1-⑥-13 に示す。劣化に伴い、この発光材料の場合、EL スペクトルの長波長側の裾が広がる現象が観測された。また、この変化は EL スペクトルに比べ小さいが、PL スペクトルにも観測された。

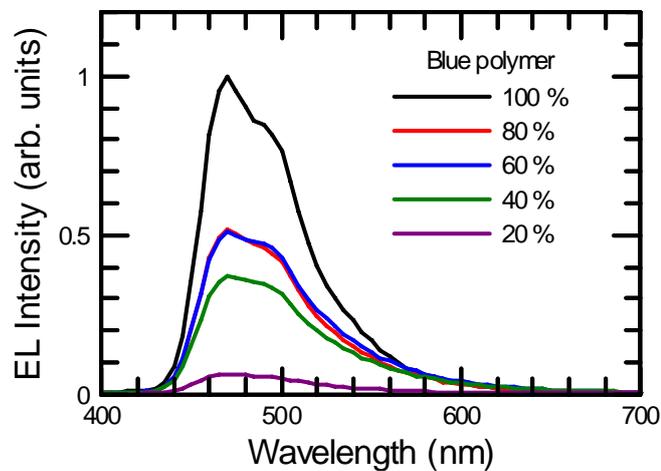


図 III.2-1-1-⑥-12. 駆動中の高分子有機 EL 素子の EL スペクトル変化

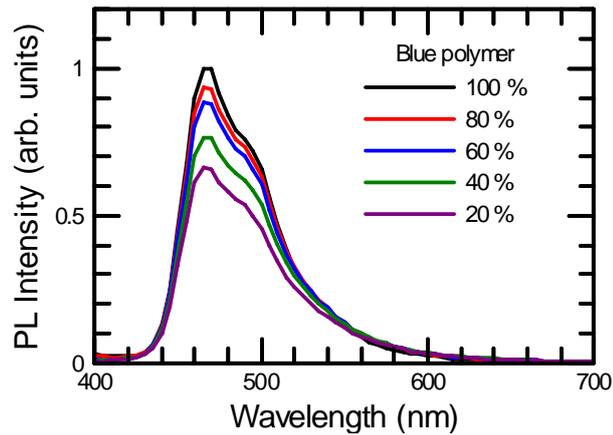


図 III.2-1-1-⑥-13. 駆動中の高分子有機EL素子のPLスペクトル変化

以上に観測された結果をまとめると以下のようなになる。

- ・ EL の輝度劣化に伴い、駆動電圧が上昇する。
- ・ このとき、PL 強度も低下するが、この低下は EL 輝度低下を全て説明するものではない。
- ・ 駆動中、EL 輝度の低下と PL 強度の低下の割合は一定である。
- ・ 材料によっては、駆動中に EL および PL スペクトルが変化する場合がある。

ここでは、一つの高分子青色発光材料を例にとって説明したが、他の高分子青色発光材料にも同様に観測される。また、スペクトル変化に関しては、発光材料によっては観測されないものもあり、劣化の一つの要因とは考えられるが、全ての高分子発光材料に共通な原因とは思われない。

以下、上記の現象のいくつかについて、より詳細な解析を行った。

i) PL 強度（量子収率）の低下

PL 強度の低下について、詳細に検討するために、劣化前後の PL スペクトルの時間分解スペクトルを測定した（装置写真：図 III.2-1-1-⑥-14）。また、測定系を図 III.2-1-1-⑥-15 に、測定例を図 III.2-1-1-⑥-16 示した。



図 III. 2-1-1-⑥-14. 時間分解PLスペクトル測定装置

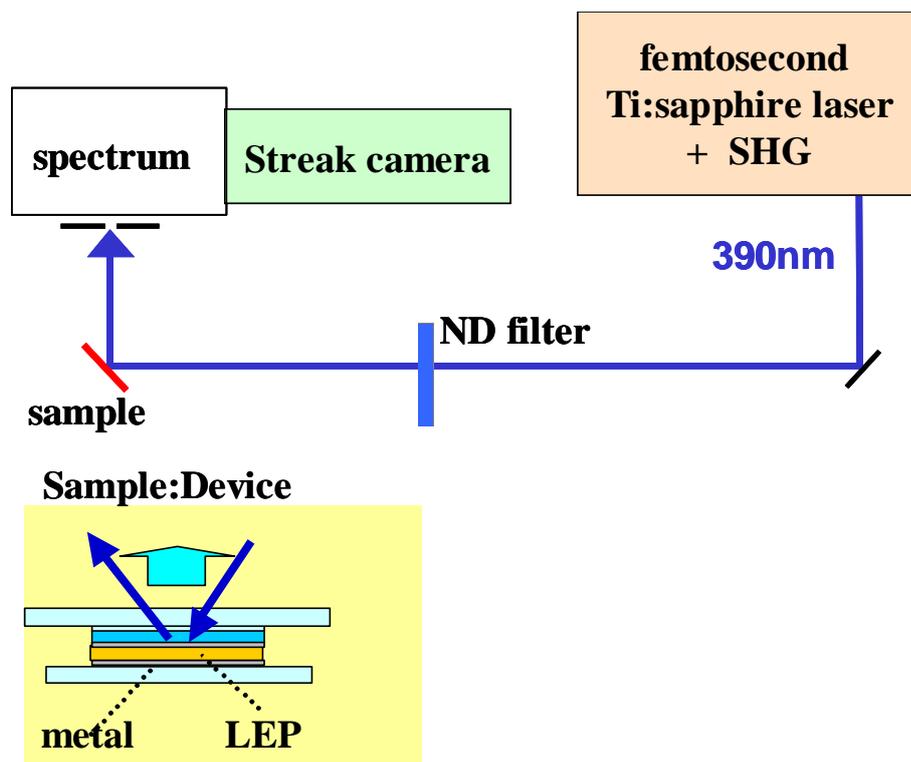


図 III. 2-1-1-⑥-15. 時間分解PLスペクトルの測定系

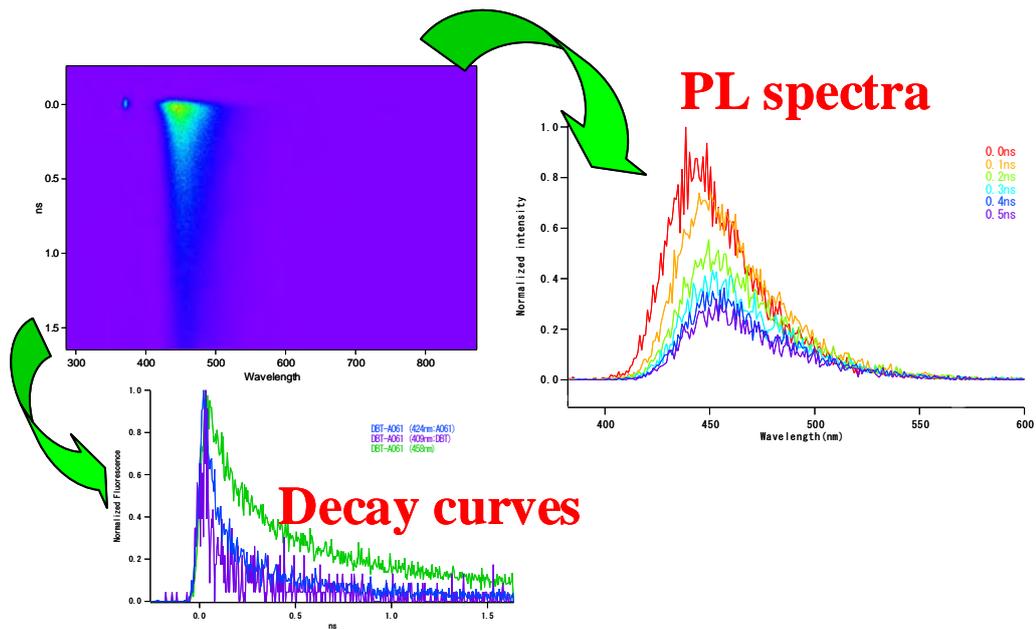


図 III.2-1-1-⑥-16. 時間分解PLスペクトルの測定例

この390 nmの励起光を用いパルスレーザーを用いて、高分子有機EL素子の陽極側から照射した（パルス幅：2 ns）。励起された発光層の過渡スペクトルを、ストリークカメラを用いて、PLスペクトルとその強度と測定した。（図 III.2-1-1-⑥-17）このときのモニター波長は466 nmで、測定に用いた青色材料のPLの極大波長である。

このときに用いた劣化後の高分子有機EL素子は、EL輝度を劣化前の輝度の40%まで劣化させたものであり、この素子のPL強度は、劣化前のPL強度の70%であったものである

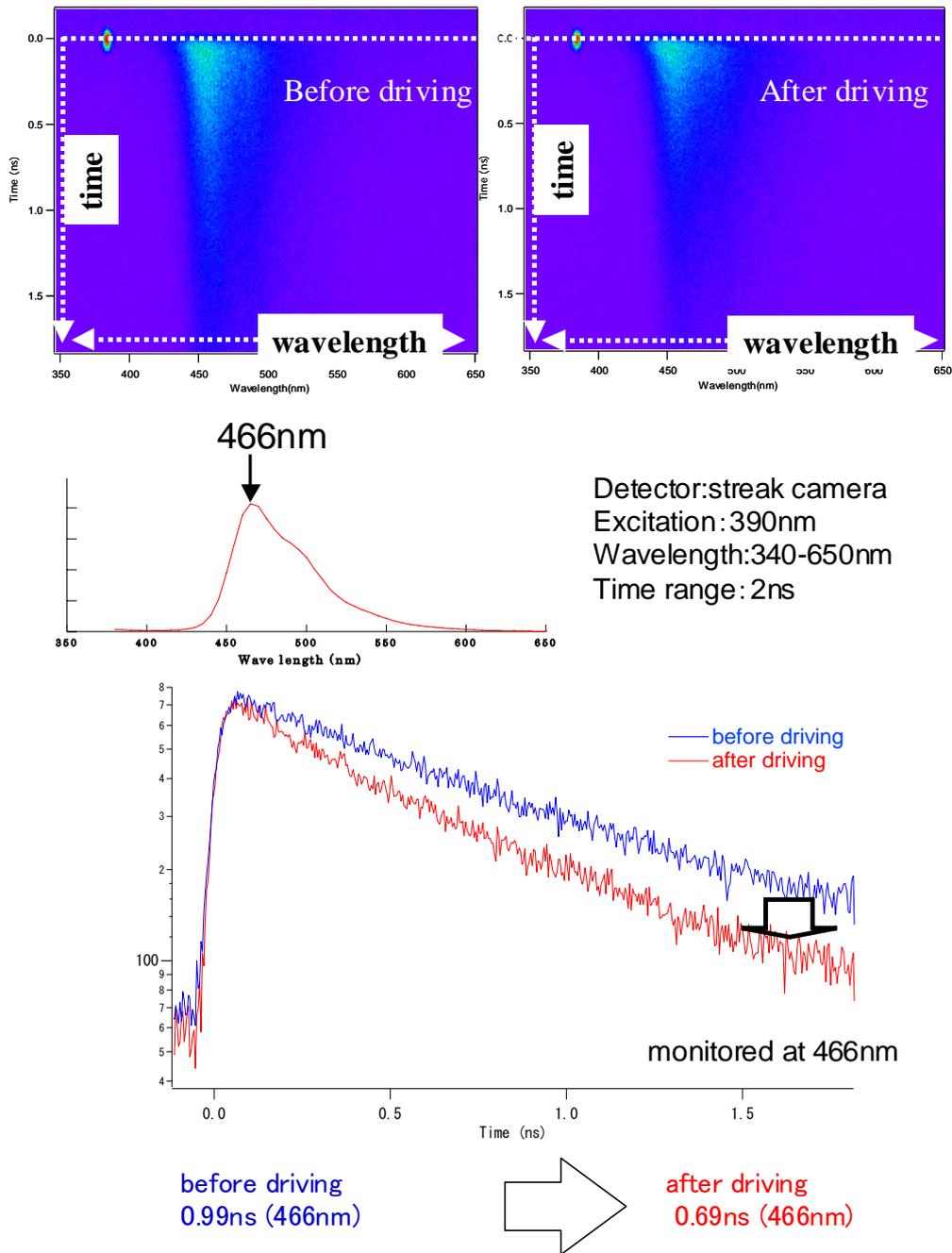


図 III.2-1-1-⑥-17. 高分子青色発光材料の駆動前後の時間分解PLスペクトル

図 III.2-1-1-⑥-18 には、劣化前後の素子について、測定した、PLスペクトルの減衰挙動を、PLスペクトルの強度の対数を時間に対してプロットしたものを示した。減衰挙動は、わずかではあるものの、変曲点を示した。

これは次のように説明することが出来る。図 III.2-1-1-⑥-19 には、ポリパラフェニレンビニレン (PPV) 誘導体の時間分解PLスペクトルを示したが、溶液中においては、1次の時定数をもって減衰しているのに対し、薄膜状態での減衰は、今回測定した場合と同様に変曲点を有している。これは、溶液状態では、生成した励起子は、同一の高分子の主鎖上のみを移動し、減衰していくのに対し、固体状態

では、励起直後では、励起子は高いエネルギーを有しているため、主鎖内と同時に、主鎖間でも移動が可能であり、そのため励起直後では、早い時定数を持って減衰するが、励起子がエネルギーを失うにつれ、主鎖間での移動が出来なくなるために、主鎖内でのみ失活過程が生じることから、減衰の時定数が遅くなり、変曲点を示すと説明されている。今回も同様の現象が生じているものと思われる。

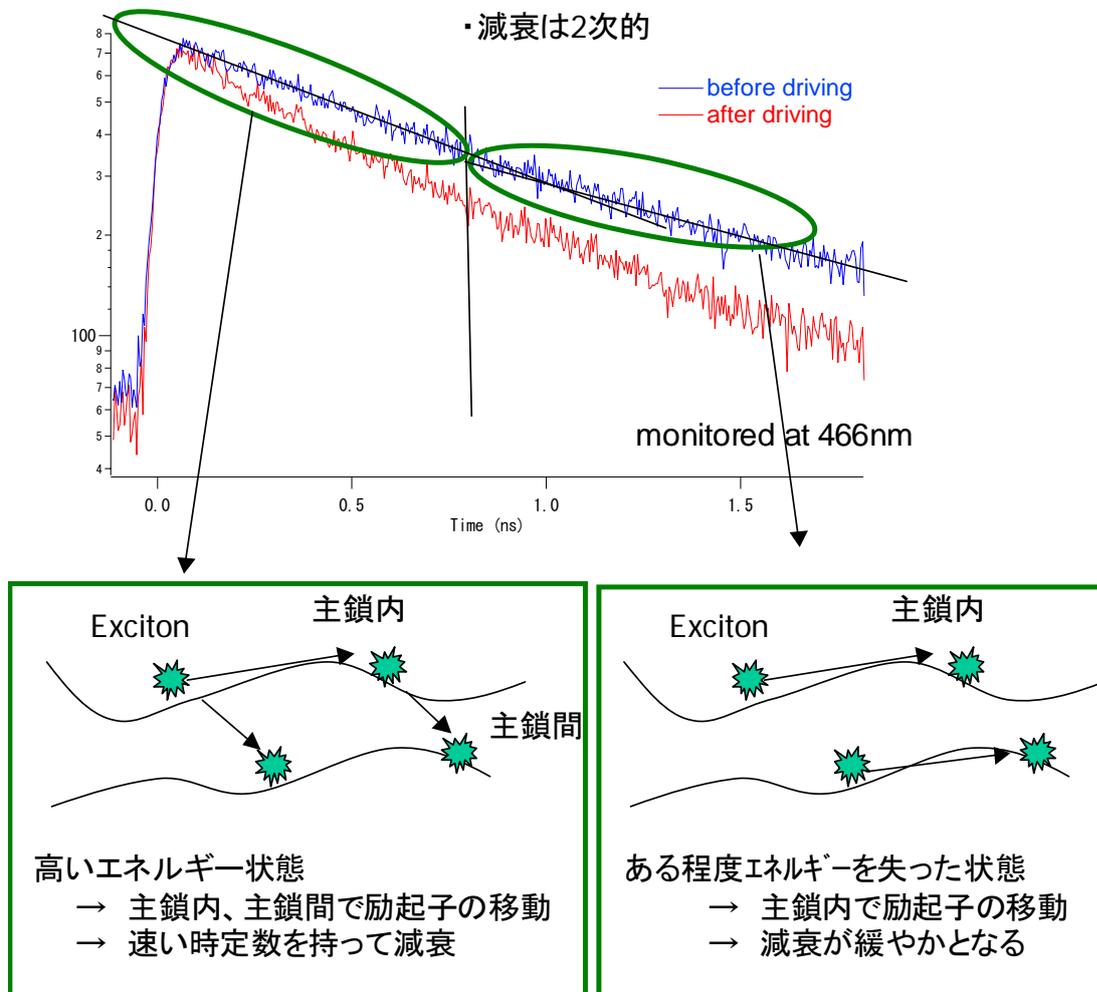


図 III. 2-1-1-⑥-18. 高分子青色発光材料の時間分解PLスペクトルの減衰挙動

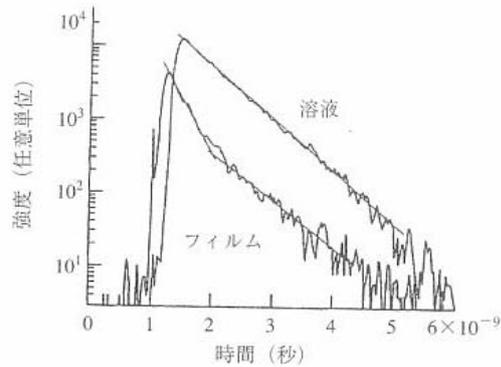


図 III.2-1-1-⑥-19. PPV 材料の蛍光寿命 (薄膜 v s 溶液)

劣化前後の減衰挙動を比較すると、未駆動の素子においては、半減時間が 0.99 ns であるのに対し、劣化後の素子においては、半減時間が、 0.69 ns であることがわかる。

図 III.2-1-1-⑥-20 の式に示したとおり、この半減時間は、量子収率に比例した値であることから、劣化後の素子の発光層の量子収率と未駆動のもの量子収率の比は、時間分解 PL スペクトルの半減時間の比で表され、劣化によって量子収率は約 70% までに減少していることがわかる。これは、上述したように、劣化後の素子の PL 強度の低下とほぼ同一の値となっている。すなわち、PL 強度の低下は、PL の量子収率の低下であることを示している。また、駆動によって PL スペクトルがほとんど変化しないことから、PL 強度の低下は、発光材料に消光中心が生成することによって引き起こされていることを強く示唆している。

$$\text{寿命 } \tau_0 = \frac{1}{k_R + k_{NR}}$$

$$\text{蛍光量子収率 } \Phi_0 = k_R \tau_0$$

$$\text{各速度定数 } k_{NR} = k_{IC} + k_{ISC}$$

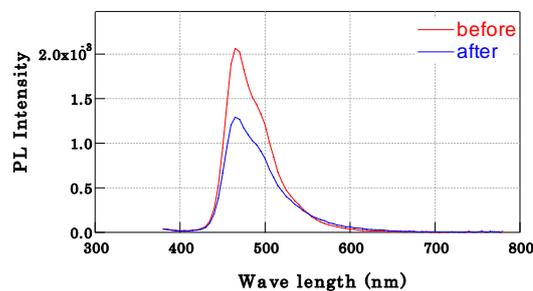
k_R : 蛍光 k_{NR} : 無輻射 k_Q : 消光

466nmの発光の減衰
 駆動前 0.99ns 駆動後 0.69ns

$$\text{劣化前 } \tau_0 = \frac{1}{k_R + k_{NR}} = 0.99 \text{ ns}$$

$$\text{劣化後 } \tau' = \frac{1}{k_R + k_{NR} + k_Q} = 0.69 \text{ ns}$$

$$\Phi' / \Phi_0 = \frac{6.9 \times 10^{-10} k_R}{9.9 \times 10^{-10} k_R} \doteq 0.7$$



劣化前後のPL強度比=0.7



PLの劣化は消光中心の生成
 でほぼ説明が可能

図 III. 2-1-1-⑥-20. 青色材料の時間分解PLスペクトルの解析

ii) 電圧上昇

上述したように、通常の高分子有機EL発光素子（ここでは以下バイポーラ素子と言う）において、定電流駆動中、電圧上昇していることがわかった。これは、駆動中に電荷の注入や輸送が変化したことを示しており、電荷のバランスに影響を与えていることを示している。

そこで、その原因を解明するために、単電荷素子（電子オンリー素子、正孔オンリー素子）を作成し、定電流駆動することによって、その電圧の挙動を評価した。

電子オンリー素子と正孔オンリー素子の構造を以下に示した。

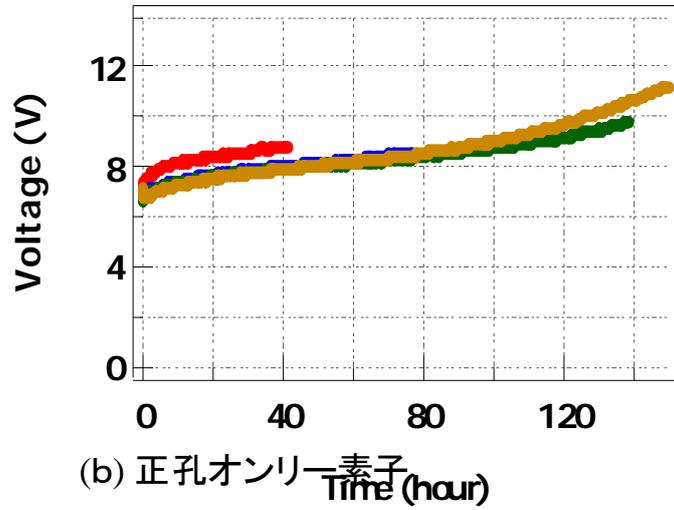
電子オンリー素子：A l / I L / 発光層 / B a / A l

正孔オンリー素子：I T O / P E D O T / I L / 発光層 / A u

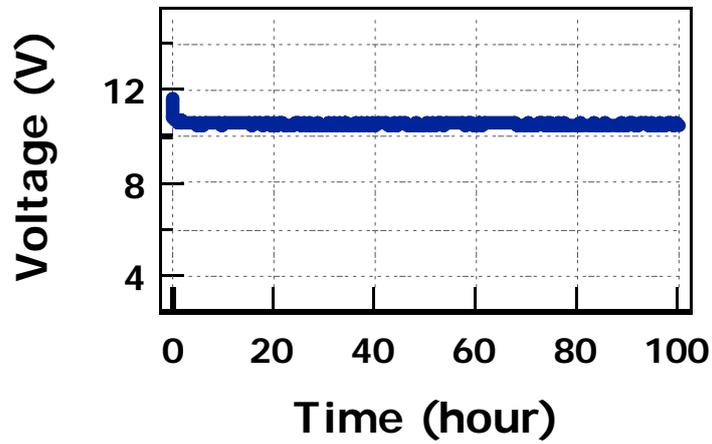
作成した素子を、上述した高分子有機E L発光素子と同様に定電流駆動した。このときの条件は、バイポーラ素子の劣化素子を劣化させた時に用いた電流値に合わせて駆動した。また、それぞれの単電荷素子では、駆動中に発光は観測されず、反対の電荷は流れていないことを確認している。

図 III.2-1-1-⑥-21 に、バイポーラ素子、正孔オンリー素子、電子オンリー素子を定電流駆動した時の電圧上昇の挙動をしめした。バイポーラ素子では、上述したように電圧の上昇が見られるのに対し、正孔オンリー素子では、駆動の初期で若干の駆動電圧の低下が見られたが、その後の駆動では、電圧はほとんど一定であった。一方で、電子オンリー素子の場合、バイポーラ素子と同様の電圧上昇が観測された。図 III.2-1-1-⑥-22 には、これら3種の素子の電圧上昇の様子を、初期の電圧に規格化した相対値として示した。バイポーラ素子と電子オンリー素子では、その電圧の変化率がほぼ同様であることがわかる。

(a) バイポーラ素子



(b) 正孔オンリー素子



(c) 電子オンリー素子

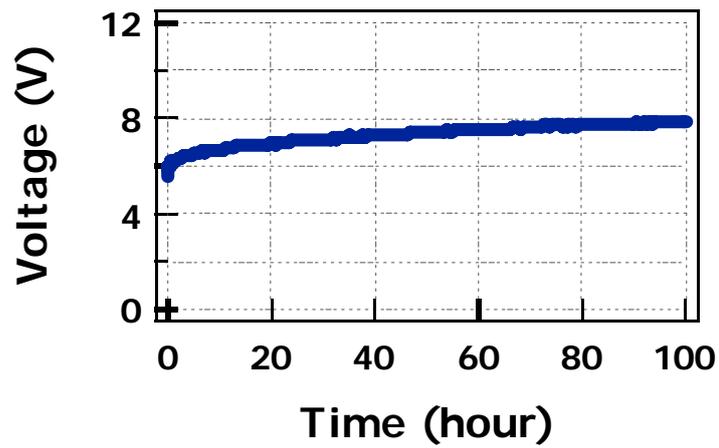


図 III. 2-1-1-⑥-21. 高分子青色発光材料の各素子の駆動電圧の経時変化
a) バイポーラ素子、b) 電子オンリー素子、c) 正孔オンリー素子

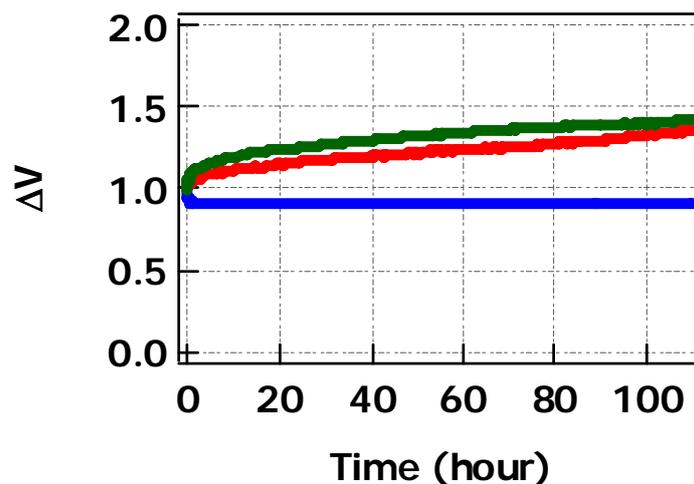


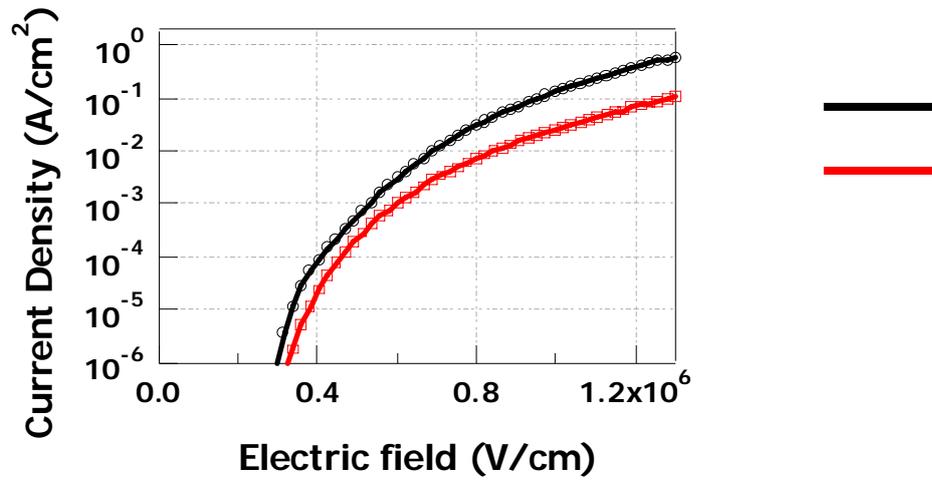
図 III. 2-1-1-⑥-22. 高分子青色発光材料の各素子の駆動電圧の経時変化

a) バイポーラ素子、b) 電子オンリー素子、c) 正孔オンリー素子

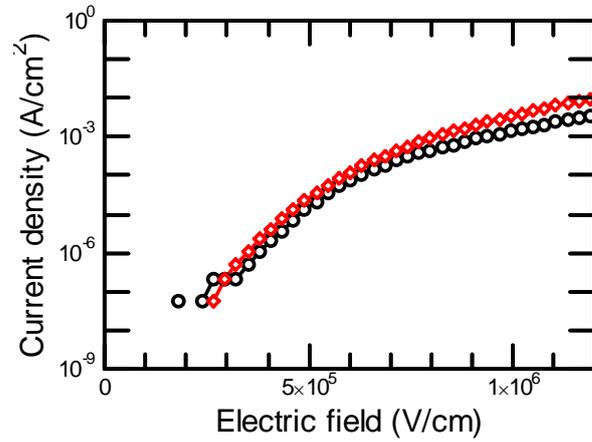
また、駆動前後の電流－電解曲線を、図 III.2-1-1-⑥-23 に示した。バイポーラ素子、電子オンリー素子では、駆動後に電流が減少していることがわかる。これは、定電流駆動中の電圧上昇に対応した現象である。また、正孔オンリー素子では、駆動前後で目立った電流量の減少は認められず、これも定電流駆動中の挙動に対応したものである。

駆動前後の電子オンリーデバイスの電流－電界曲線を見ると、駆動後では低電界側の電流量の変化が、高電界側の電流量の変化よりも大きいことがわかる。高電界での電流値は、通常の場合、空間電荷制限電流領域に相当し、電子オンリー素子の場合、発光層中の電子の移動度が反映されていると考えることができる。一方で、低電界での電流値は、陰極から発光層への電子の注入に相当する電流であると考えられる。そう考えた場合、電子オンリー素子の駆動後の変化は、主に電子注入の変化であるということが出来ると考えられる。

(a) バイポーラ素子



(b) 正孔オンリー素子



(c) 電子オンリー素子

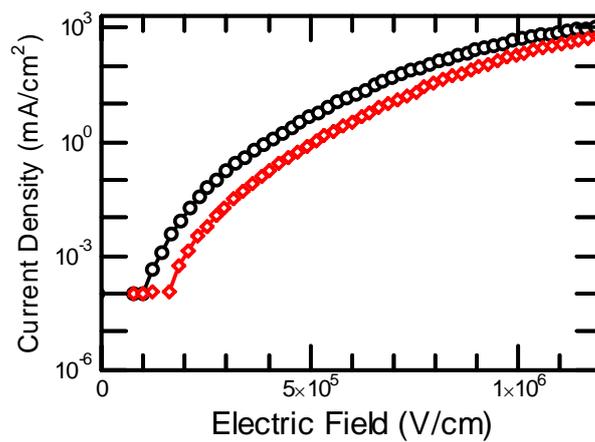


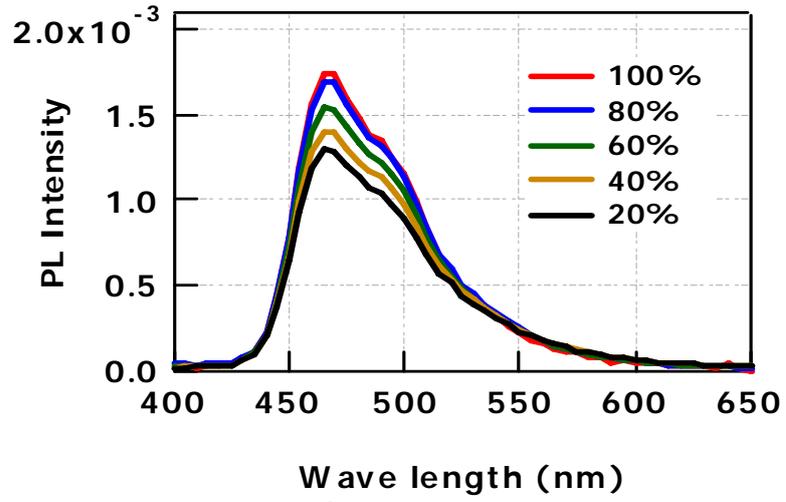
図 III. 2-1-1-⑥-23. 高分子青色発光材料の各素子の駆動前後の電流-電界曲線
a) バイポーラ素子 b) 正孔オンリー素子 c) 電子オンリー素子

駆動中の各素子のPLスペクトルを測定した結果を図 III.2-1-1-⑥-24 に示す。

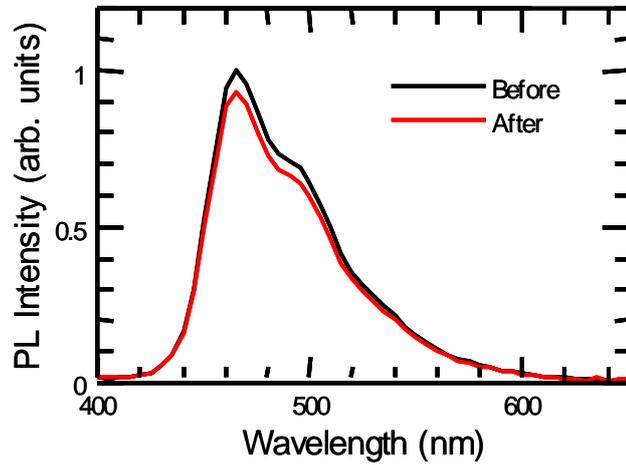
バイポーラ素子では、上述したように、駆動中にPL強度は低下することがわかっている。正孔オンリー素子では、PL強度のわずかな低下が見られた。これは、測定誤差の範囲内かどうかは、今後の検討課題であるが、いずれにしても、正孔オンリー素子でのPLスペクトルの変化は、バイポーラ素子に比べ、非常に小さいものと思われる。

一方、電子オンリー素子の場合は、駆動前後スペクトルの形状の変化が観測された。ただ、この変化も有意の差であるかどうかは今後更に検証が必要である。電子オンリー素子では、Alを陽極に用いており、通常の場合は、Al陽極が光を通さないため、PLスペクトルの測定は出来ない。ここでは、PLスペクトルを測定するために、ITO基板の上に、Alを非常に薄く蒸着し、半透明な膜として陽極に用いた。測定の関係上、電子オンリー素子が光学薄膜として働き、特に青材料の発光波長領域では、測定時の光の干渉の影響が無視できず、スペクトルの形状の変化に起因している可能性がある。PLの強度に関しても、干渉効果からの影響が無視できないが、バイポーラ素子で見られたよう大幅な減少は見られていない。

(a) バイポーラ素子



(b) 正孔オンリー素子



(c) 電子オンリー素子

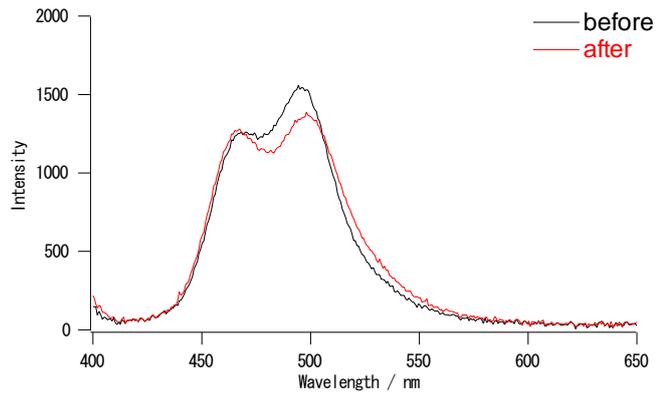


図 III. 2-1-1-⑥-24. 高分子青色発光材料の各素子の駆動前後の PL スペクトル
a) バイポーラ素子 b) 正孔オンリー素子 c) 電子オンリー素子

iii) 高分子青色発光材料の劣化挙動のまとめ

以上、観測された現象をまとめると、表 III.2-1-1-⑥-1 ようになる。

表 III.2-1-1-⑥-1. 各素子の駆動劣化試験のまとめ

デバイス	駆動電圧	電流特性	PLスペクトル
バイポーラ デバイス	上昇	減少	減衰
ホールオンリー デバイス	変化無し (駆動初期 のみ変化)	変化無し (初期のみ変 化と推測)	変化無し
電子オンリー デバイス	上昇	減少 (注入領域)	強度低下 小

ここから、青色発光材料の駆動中の劣化の主な原因は、以下のように推定される。

- ・発光層に消光中心が生成することによる PL 強度の低下
- ・主に電子注入が減少することにより電荷バランスが変化し、発光効率が低下する。

以上は、非常に単純化した推定であって、実際には、もっと複雑な現象が駆動中に生じていることは容易に推定できる。

例えば、一つの仮定として、劣化の原因として、発光材料の PL 強度の低下で、EL 発光効率の低下を説明する機構も考えることは可能である。PL 強度の測定は、原理上発光層全体として測定しているが、高分子有機 EL 発光素子としては、発光層の全体が発光してとは限らないからである。例えば、この青色発光材料では、それぞれの単電荷素子とバイポーラ素子の電流量を比較した場合、電子が過剰の系であることがわかっており、発光領域としては陽極に近いところに偏っていると推定される。この発光領域中にある発光材料の量子収率の低下が、EL 効率の低下を引き起こすという仮定を立てることは可能である。すなわち、輝度 40% に低下したバイポーラ素子において、発光領域の発光材料の量子収率が初期に対して 40% になっているが、上述した PL 強度の測定方法では、発光領域に存在する発光材料のみの PL 強度ではなく、薄膜全体としての PL 強度を測定しており、PL 強度の低下した発光領域と低下していない領域の PL 強度の加重平均として測定した結果、PL 強度が結果として、初期値に対して 70% と測定された可能性も否定は出来ない。

これらの観点を踏まえた、更なる解析が必要である。

ロ. 緑色、赤色発光材料の劣化機構

同様の実験を、緑色発光材料、赤色発光材料に関しても行った。以下に示す通り、劣化の現象としては、ほぼ青色発光材料と同様である。

i) 劣化挙動

青色発光材料と同様に、代表的な緑色発光材料と赤色発光材料のバイポーラ素子を作成し、初期の輝度の80%、60%、40%、20%の輝度まで劣化させた素子を作成した。このときの駆動中のELの輝度の変化と電圧の変化を図 III.2-1-1-⑥-25 (緑色発光材料) および図 III.2-1-1-⑥-26 (赤色発光材料) に示した。また、このときのPLおよびELスペクトルの変化と、PL強度の駆動時間依存性を図 III.2-1-1-⑥-27 (緑色発光材料) および図 III.2-1-1-⑥-28 (赤色発光材料) に示した。

青色発光材料と同様に駆動中にPL強度は低下していることがわかる。また、この低下はEL輝度低下の全てを説明するものではなく、発光効率の低下は、PL強度の低下とその他の要因があることも青色材料と同様である。一方で、緑色発光材料および赤色発光材料において、EL効率低下に占める、PL強度の現象の割合は、青色発光材料に比べ少なくなっている。この現象に関しては、緑・赤発光材料においては、当然のことながら、青色材料よりも発光波長が長波長で、駆動劣化によって生成した消光中心の影響を受けにくいという推測も可能であるが、詳細を明らかにするためには、更に解析が必要である。

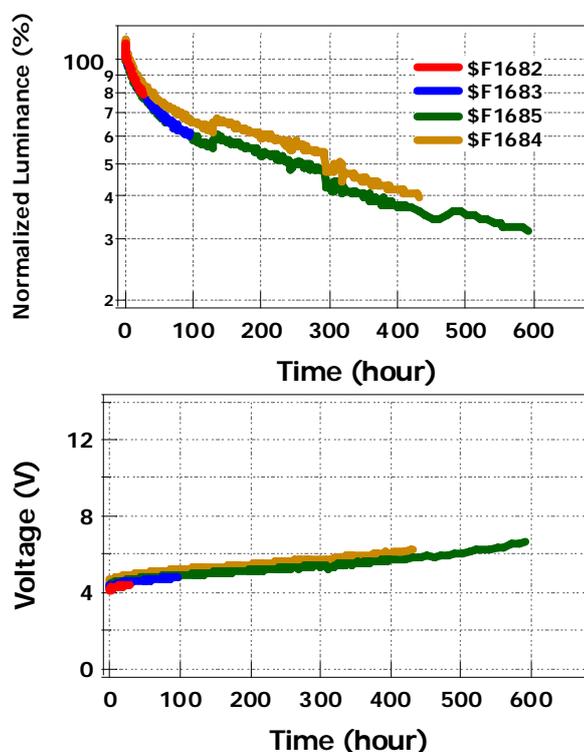


図 III.2-1-1-⑥-25. 高分子緑色発光材料の素子駆動中の輝度と電圧の経時変化 (寿命試験)

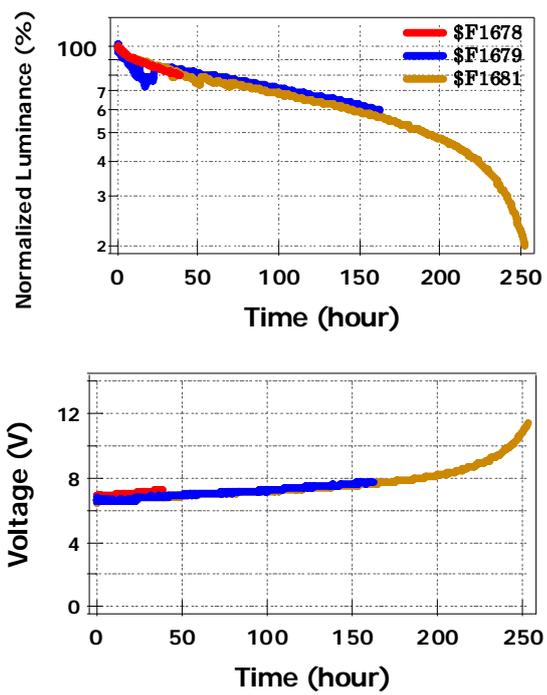


図 III. 2-1-1-⑥-26. 高分子赤色発光材料の素子駆動中の輝度と電圧の経時変化（寿命試験）

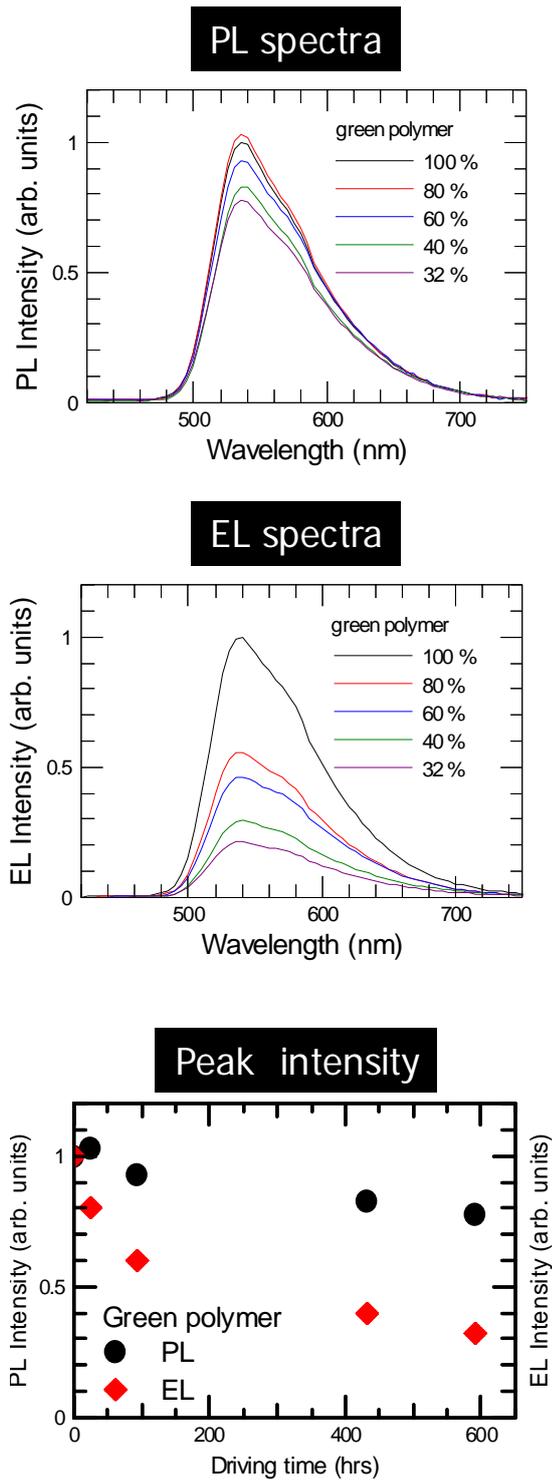


図 III. 2-1-1-⑥-27. 高分子緑色発光材料の素子駆動中の PL スペクトルと EL スペクトルの変化とその強度変化

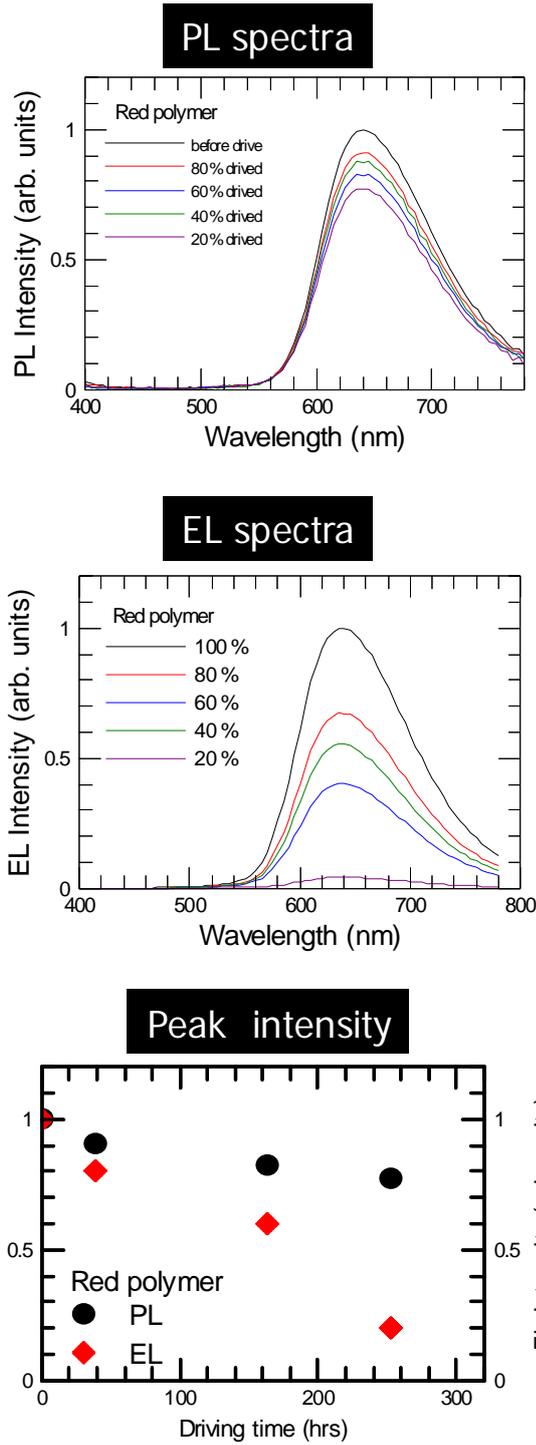


図 III. 2-1-1-⑥-28. 高分子赤色発光材料の素子駆動中の PL スペクトルと EL スペクトルの変化とその強度変化

ii) 単電荷素子による評価（緑色発光材料、赤色発光材料）

同様に、単電荷素子を作成し、その駆動劣化測定を行い、バイポーラ素子と比較した。

図 III.2-1-1-⑥-29 および図 III.2-1-1-⑥-30 からわかるように、緑・赤発光材料についても、バイポーラ素子および電子オンリー素子では、定電流駆動において電圧上昇が見られるのに対し、正孔オンリー素子では、駆動初期の電圧低下が観測され、その後の電圧上昇は見られない。

また、各素子の駆動中のスペクトルを図 III.2-1-1-⑥-31 および図 III.2-1-1-⑥-32 に示す。バイポーラ素子では緑・赤材料においても、青色材料と同様に、PL スペクトルの強度の低下が観測されるが、スペクトル変化は観測されない。一方で、電子オンリー素子、正孔オンリー素子では、PL 強度の低下並びにスペクトル変化ともに観測されていない。PL 強度の変化はバイポーラ素子でのみ観測されている。

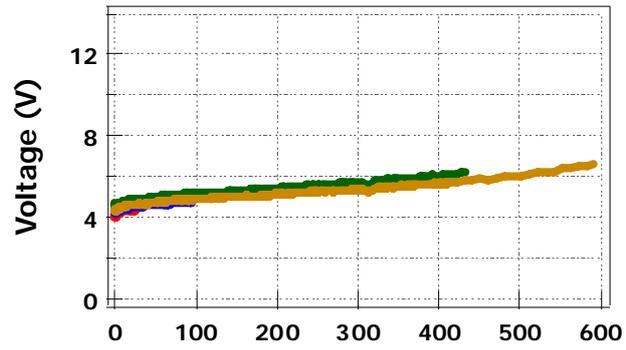
図 III.2-1-1-⑥-33 には、緑色、赤色発光材料の電子オンリー素子での駆動前後の電流－電界曲線を青色発光材料のそれと合わせて示した。緑・赤発光材料の電子オンリー素子において、その低電界領域の電流量が大きく減少していることがわかり、このことから、電子オンリー素子で、電子の注入が大きく変化していることがわかる。

iii) 緑色発光材料、赤色発光材料の劣化挙動のまとめ

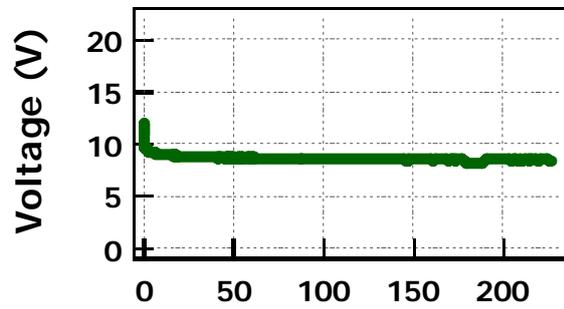
以上、緑・赤色発光材料の劣化挙動をまとめると、程度の差こそあれ、ほぼ青色発光材料と同様の劣化機構を有していると推定される。

以上の解析結果から、青色発光材料と同様に、長寿命化には、PL 強度（量子収率）の低下の抑制（消光中心の生成の抑制）および、電子注入の安定化が必要と考えられる。

(a) バイポーラ素子



(c) 正孔オンリー素子 Time (hour)



(b) 電子オンリー素子

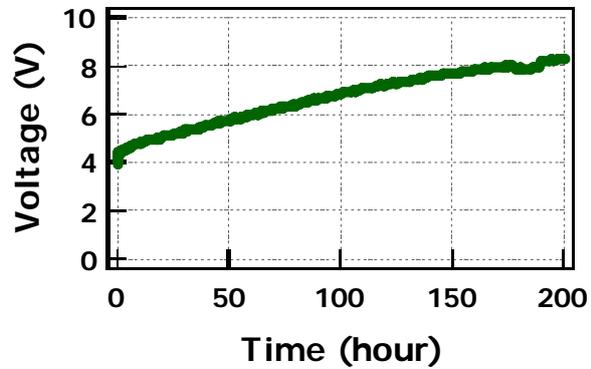
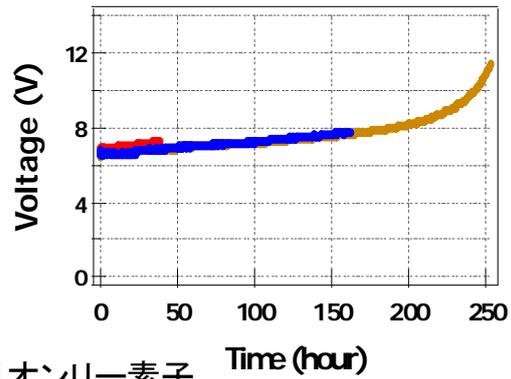
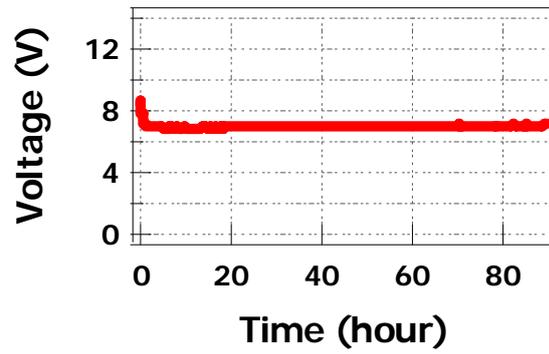


図 III. 2-1-1-⑥-29. 高分子緑色発光材料の各素子の駆動電圧の経時変化
a) バイポーラ素子、b) 正孔オンリー素子、c) 電子オンリー素子

(a) バイポーラ素子



(c) 正孔オンリー素子



(b) 電子オンリー素子

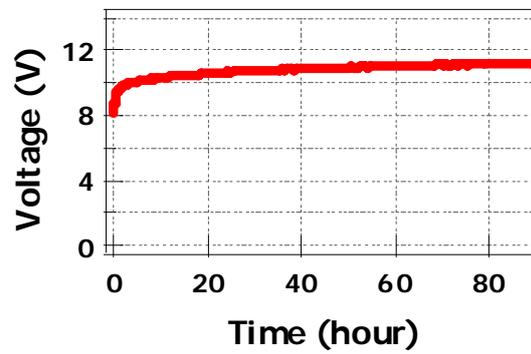


図 III. 2-1-1-⑥-30. 高分子赤色発光材料の各素子の駆動電圧の経時変化

a) バイポーラ素子、b) 正孔オンリー素子、c) 電子オンリー素子

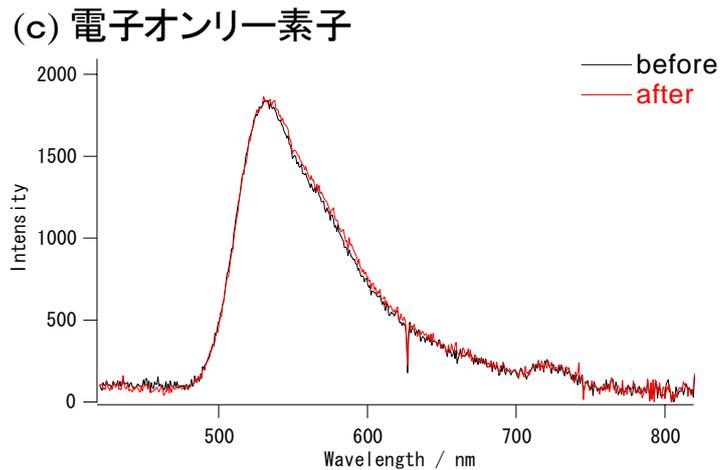
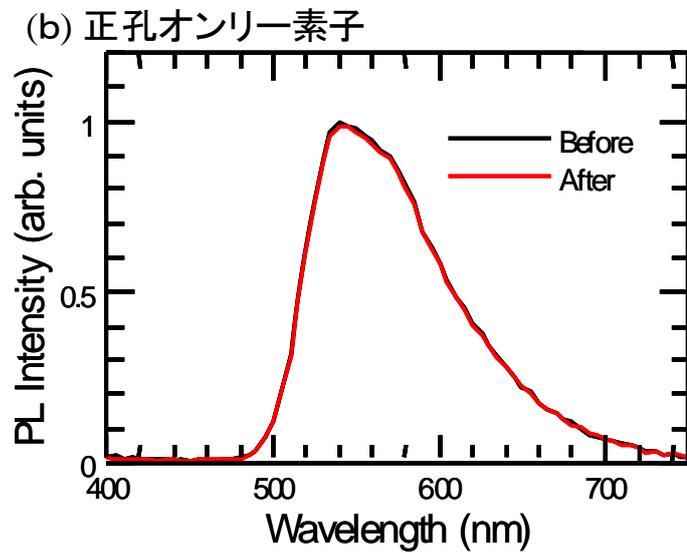
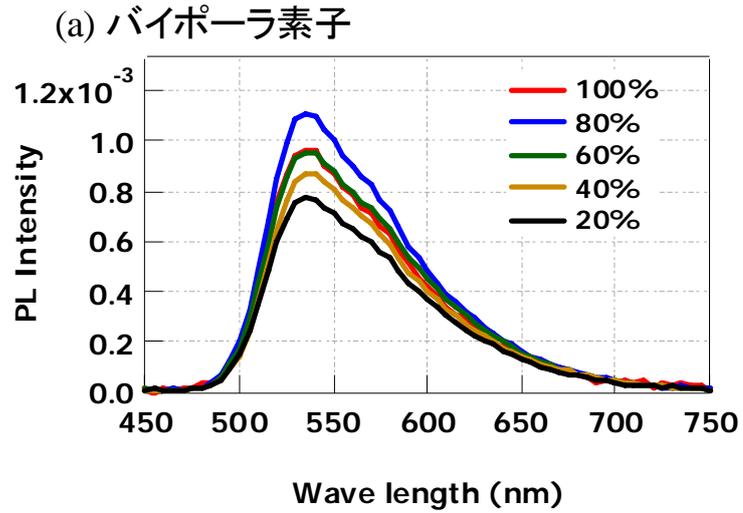
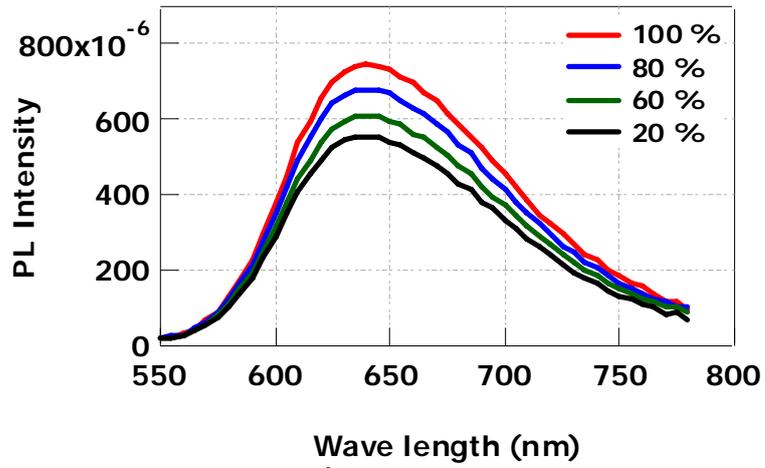
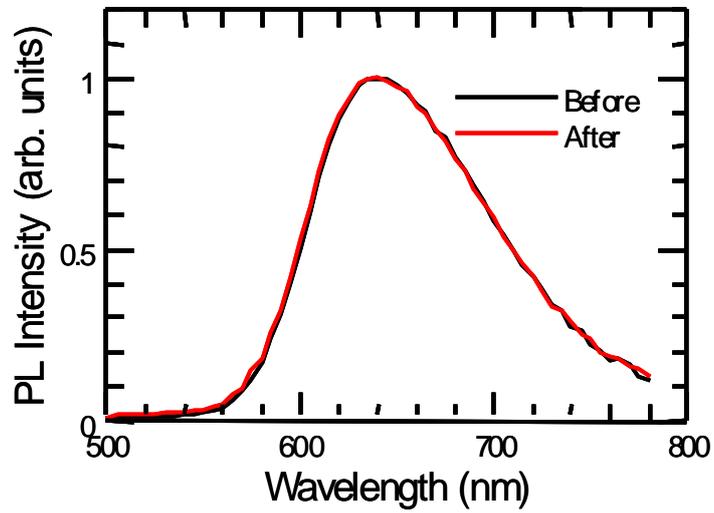


図 III. 2-1-1-⑥-31. 高分子緑色発光材料の各素子の駆動前後の PL スペクトル
 a) バイポーラ素子、b) 正孔オンリー素子、c) 電子オンリー素子

(a) バイポーラ素子



(b) 正孔オンリー素子



(c) 電子オンリー素子

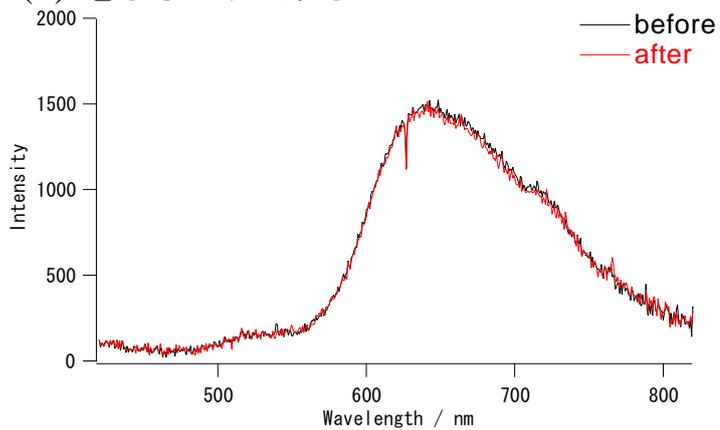


図 III. 2-1-1-⑥-32. 高分子赤色発光材料の各素子の駆動前後のPLスペクトル
a) バイポーラ素子、b) 正孔オンリー素子、c) 電子オンリー素子

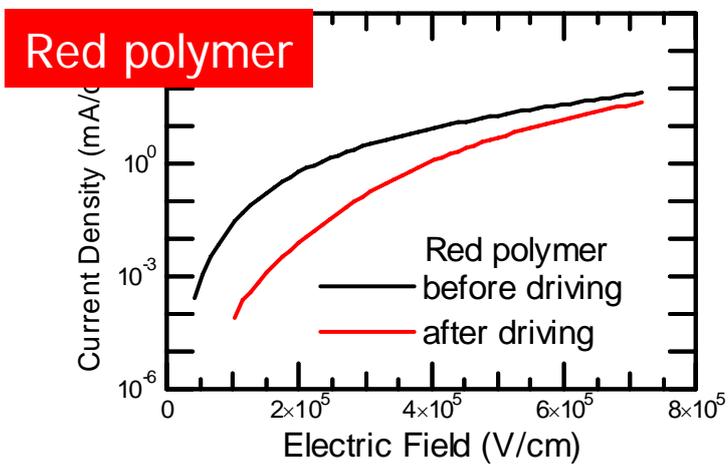
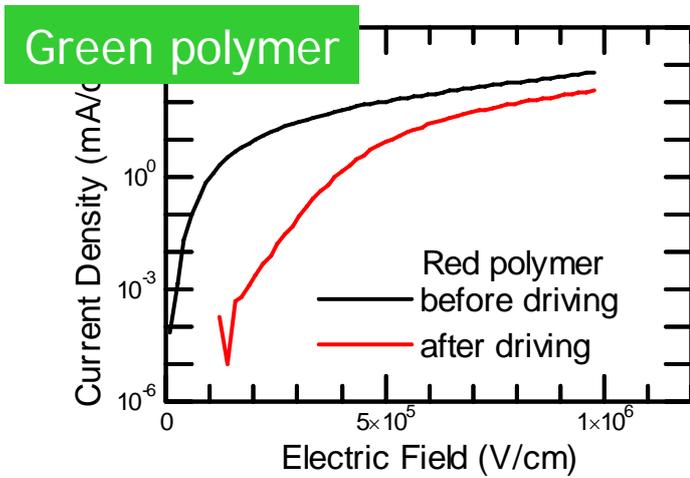
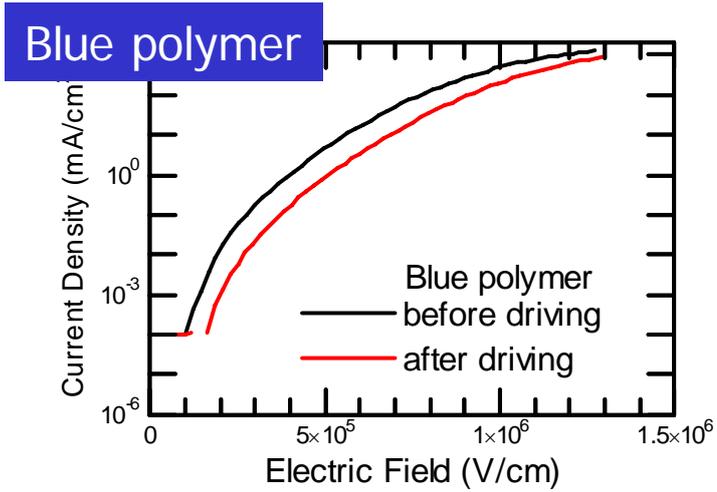


図 III. 2-1-1-⑥-33. 青、緑、赤色材料の電子オンリー素子前後の電流-電解曲線

⑦本プロジェクトで開発した高分子発光材料の特性

イ. 高分子青色発光材料の特性

本プロジェクトで検討した高分子青色材料の特性の改善の経緯について図 III.2-1-1-⑦-1 に示した。

また、最終的に得られた高分子青色材料の特性は、表 III.2-1-1-⑦-1 に示すものであり、プロジェクト目標を達成した。

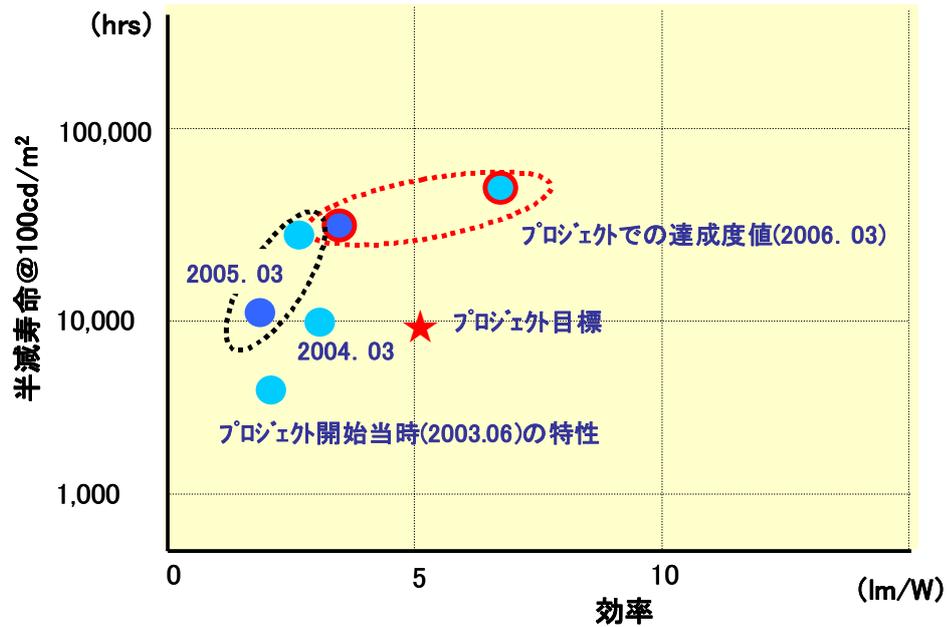


図 III.2-1-1-⑦-1. 本プロジェクトでの高分子青色発光材料の特性の進展

表 III.2-1-1-⑦-1. 本プロジェクトでの高分子青色発光材料の特性

青	効率 (lm/W)	色x	色y	寿命 (@100cd/m ²)
Blue 1	3.2	0.14	0.15	24,000
Blue 4	6.6	0.15	0.21	60,000
目標	5.0	-	<0.21	10,000

ロ. 高分子緑色発光材料の特性

本プロジェクトの高分子緑色発光材料の特性の改善の経緯について図 III.2-1-1-⑦-2 に示した。

また、最終的に得られた高分子緑色材料の特性は、表 III.2-1-1-⑦-2 に示すものであり、プロジェクト目標を達成した。

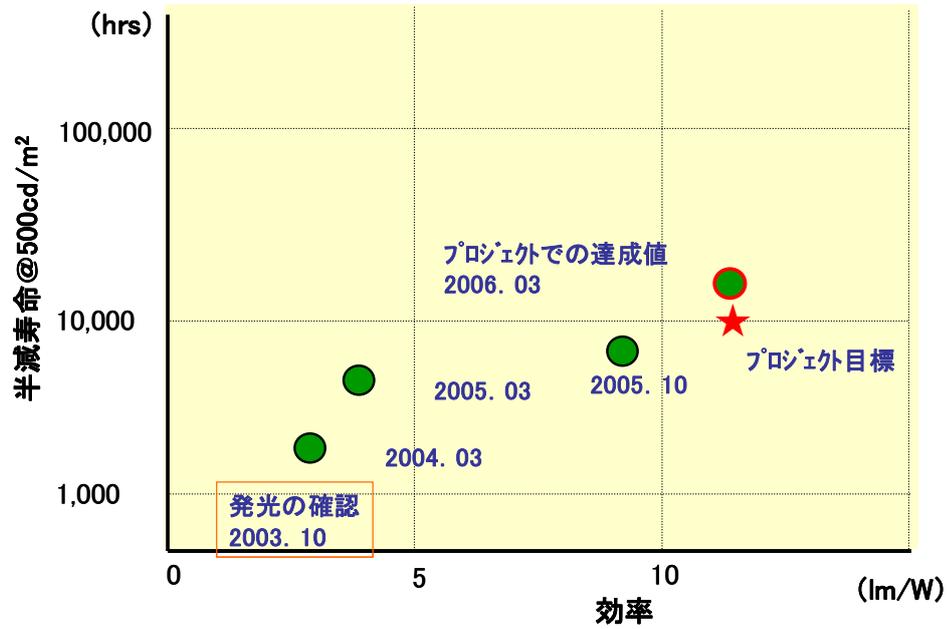


図 III.2-1-1-⑦-2. 本プロジェクトでの高分子緑色発光材料の特性の進展

表 III.2-1-1-⑦-2. 本プロジェクトで開発した高分子緑色発光材料の特性

緑	効率 (lm/W)	色x	色y	寿命 (@ 500cd/m ²)
Green	12	0.28	0.60	14,000
目標	12	-	-	10,000

ハ. 高分子赤色発光材料の特性

上記のようにして燐光材料に適した高分子材料を探索し、燐光材料の比率や素子条件等を、最適化することで、本プロジェクトの目標値を達成した。本プロジェクトの高分子赤色発光材料の特性の改善の経緯について図 III.2-1-1-⑦-3 に示した。

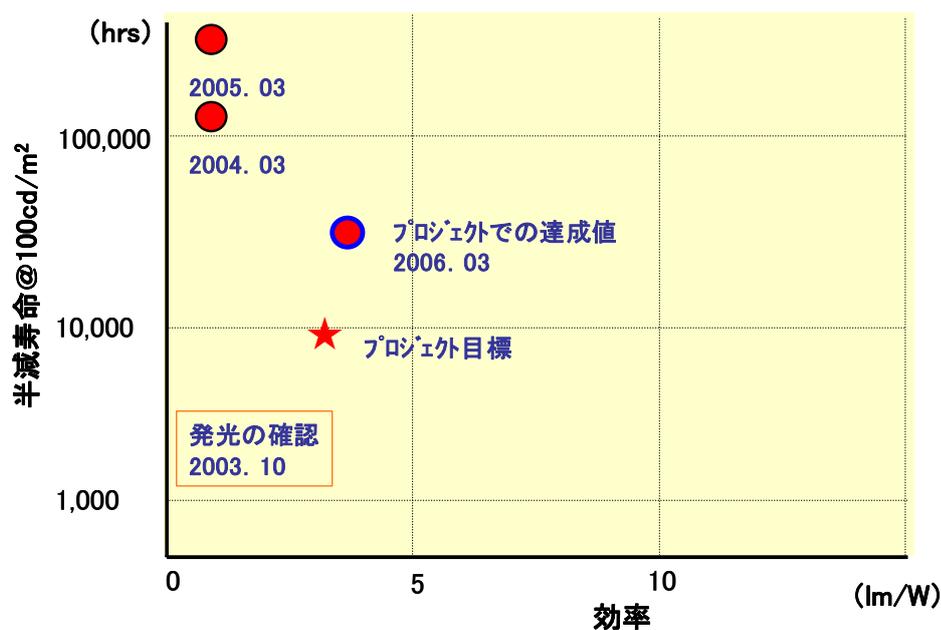


図 III. 2-1-1-⑦-3. 本プロジェクトでの高分子赤色発光材料の特性の進展

表 III. 2-1-1-⑦-3. 本プロジェクトで開発した高分子赤色発光材料の特性

赤	効率 (lm/W)	色x	色y	寿命 (@100cd/m ²)
Red 1	3.5	0.65	0.34	>40,000
目標	3	-	-	10,000

⑧量産化検討

事業化を行うためには、量産スケールでの製造を滞りなく行うことが必須である。通常の方法の探索で行う実験室レベルでの小実験を量産化のスケールで行うためには、一般的には、以下の点を考慮する必要がある。

・安全性の確保

反応を行う場合、加熱並びに除熱は、反応マスが反応容器に接する面で行われる。反応が発熱反応である場合、小実験においてはスケールが小さいため、発熱の除熱は容易に行えるのに対し、スケールが大きくなった場合には、体積の増加に比べ、除熱に寄与する表面積の増加は小さいため、除熱が効率よく行えない。そのため、発熱量や発熱の速度などを慎重に見極める必要がある。

・攪拌効率

一般に攪拌効率は反応速度に影響を与える。通常はスケールが異なった場合でも、攪拌動力を合わせる

ことで対応する。しかしながら、攪拌動力が一定でも同様の反応がおきるかどうかは、反応によって異なるため、確認が必要となる。重合反応の場合は、反応の進行に従い、反応溶液の粘度が急速に変化することから、慎重に検討する必要がある。

- ・ 仕込み時間

小実験では、試薬の仕込みなどは、非常に短時間で行えるのに対し、大きなスケールでは、小実験に比べ、試薬の仕込みに時間が掛かる場合が多い。小実験とは異なる条件である一定の時間放置されることが想定されるため、反応に異常が起きないかどうかは、常に確認する必要がある。

- ・ 操作性

小実験では、簡単に行える操作でも、スケールが大きくなった場合には、行えない操作が発生する。

その他にも、スケール因子は多様であり、それを踏まえた上で、小実験の反応を再現させることが必要である。

イ. 山本重合

上述した山本重合を用いてスケールアップの検討を行った。

検討の結果、以下の因子が反応に影響を及ぼすことが分かった。

i) 溶媒中の水分量の影響

水分量が多いと分子量が低下する。

山本重合の反応は、 $\text{Ni}(\text{cod})_2$ が水に対して不安定であるために、反応系中に水分が存在すると到達分子量の低下が見られることがわかった。これは、反応系中の水分によって、 $\text{Ni}(\text{cod})_2$ が分解されるためと推測される。(cod=シクロオクタジエン)

ii) 触媒仕込み法に関して

・触媒となる $\text{Ni}(\text{cod})_2$ の仕込み時は発熱が生じるが、スケールアップ後も溶媒の潜熱量で十分除熱可能であるために、粉体仕込みとすることが可能であった。

一方で、酸素の影響や、攪拌動力の影響はそれほど大きくはないことが分かった。

以上の検討結果を踏まえ、スケールアップの検討を行った。高分子発光材料の得量が 200 g スケールとなる反応を行った結果から、問題なくスケールアップが行えることを確認した。

ロ. 鈴木重合

検討の結果、以下の因子が反応に影響を及ぼすことが分かった。

i) 攪拌の影響

- ・攪拌不足の場合、重合反応が低下する。
- ・攪拌が強すぎるとホウ酸-ホウ酸のホモカップリング率が上昇する。
- ・攪拌動力一定のスケールアップは不可である。

鈴木重合の反応は、攪拌の影響が強いことが分かり、攪拌動力を決める上で、慎重な検討が必要であった。

上述の重合法のところにも述べたように、ジホウ酸誘導体とジハロゲン誘導体との縮重合反応である。理論上ジホウ酸誘導体とジハロゲン誘導体の化学量論が1の場合、溶解性などに問題がなければ、無限大の分子量を与えることになる。ところが、実際はジホウ酸誘導体の当量が1を超えるところで、分子量の極大を与える。これは、鈴木反応には、副反応として、ホウ酸-ホウ酸のホモカップリング反応があるためである。分子量を精密に制御するためには、このホモカップリング率を見積もり、補正する必要がある。このホモカップリング率が攪拌によって変化することから、一方、攪拌動力一定のスケールアップが不可のため、スケールによって反応の様子を見ながら攪拌動力を見極める必要があった。

ii) 触媒溶液の安定性

触媒溶液をある一定時間放置すると、到達分子量が低下する事がわかった。

iii) 触媒仕込みから塩基滴下にいたる所要時間

この重合方法では、全ての基質を仕込んだのち、塩基を滴下して反応を開始するが、この時間が長すぎた場合、到達分子量が低下することが分かった。

以上の検討結果を踏まえ、まずは、高分子の得量が200 gスケールとなる反応を行った。次いで、700 gスケールの反応を行い、いずれも分子量制御は問題なく行えることが分かった。

以上のことから、プロジェクトの目標である年1 tの生産能力(1Kg/バッチ)の目処を得ることが出来たと判断した。

2-1-2 高性能高分子有機EL発光材料に最適な周辺材料の設定

①素子化プロセス

ドットマトリックスの高分子有機EL素子を作成するには、図 III.2-1-2-①-1 の各プロセスの検討、最適化が重要である。実際に高分子有機EL素子を作成する検討の中から、本プロジェクトで開発した高分子発光材料に適した周辺材料の設定を行った。

素子作成のための各種装置、および陰極形成と封止を行う実証装置は、クリーン度1000のクリーンルーム内に設置して検討を行った。

素子化に関して、基板処理装置、インクジェット塗布装置、蒸着チャンバー、封止装置等を順次使用するが、適宜、並列に処理をするなどの方法を用いれば、それぞれのプロセスに関しては、目標タクトタイムの3分/枚以内とすることは原理的に可能であると考えられる。

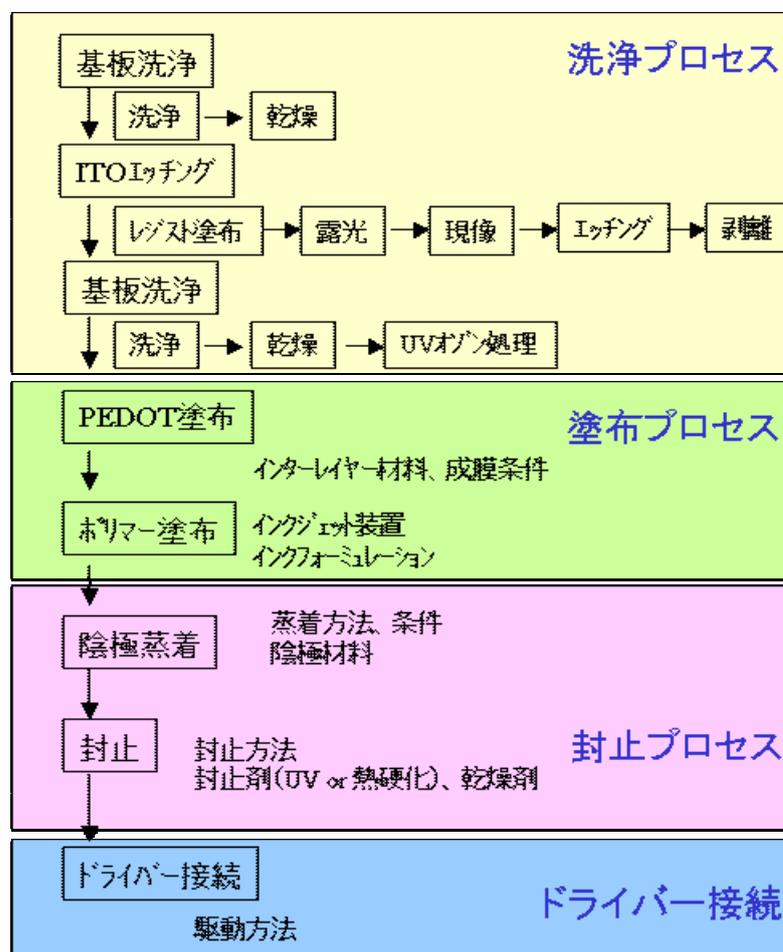


図 III.2-1-2-①-1. 素子作成プロセス

イ. 基板

ガラス基板は、基板洗浄装置を用いて、超純水、洗剤、有機溶媒で洗浄した後、乾燥させる。通常、

この上に透明導電膜のITOをスパッタやEB蒸着等で形成する。

ITO基板のパターニングは、フォトリソグラフィとエッチング処理により行う。すなわち、フォトレジストをスピコートで塗布し、ホットプレートで加熱処理をし、露光機、現像機、スピン洗浄機を用いることで、ITOのパターンを形成する。

また、フォトリソグラフィは、インクジェット用のバンク構造の形成の際にも用いる。

ITO基板は、前記の基板洗浄装置を用いて、純水、洗剤、有機溶媒で洗浄、乾燥させた後、UVオゾン処理装置を用いて、表面処理を行う。これにより、表面が清浄となるとともに、仕事関数が5.0 eV超で安定する。(AC-2による測定で確認。)



図 III.2-1-2-①-2. 基板洗浄装置



図 III.2-1-2-①-3. スピコート



図 III.2-1-2-①-4. 現像機



図 III. 2-1-2-①-5. 露光機



図 III. 2-1-2-①-6. スピン洗浄機

ロ. 正孔注入層塗布

正孔注入層としては、市販の PEDOT-PSS 分散液（Starck 社製、以下 PEDOT）を塗布により製膜して用いた。洗浄した ITO およびバンク付きガラス基板の上に、PEDOT をインクジェット法により塗布し、ホットプレートで乾燥することにより、正孔注入層を形成した。なお、材料特性の確認の際は、スピコートにより製膜した。

さらに、上述したように、インターレイヤーと呼ばれる極薄い正孔輸送層を設けると、発光特性が改善される。インターレイヤーは、高分子発光材料からなる発光層に正孔を注入する働き、発光層からの電子の漏洩防止、PEDOT による発光層へのダメージ回避などの働きがあるとされている。

ハ. 高分子発光層塗布

高分子発光層は、前記のインクジェット法により RGB 塗り分けをして形成した。なお、材料特性の確認の際は、スピコートにより製膜した。

ニ. 陰極蒸着

陰極は、抵抗加熱による真空蒸着法により形成した。マスクを介して蒸着することで、電極パターンを形成できる。なお、高分子有機 EL の特徴を生かすためには、ダメージの少ない陰極形成方法や、マスクを使わない陰極加工技術が重要である。詳細は、後述する。

ホ. 封止

有機 EL は、通常はガラス基板を用い、ガラス板または金属缶を用いる技術が知られている。これらの封止部材は、接着面に UV 硬化樹脂または熱硬化樹脂を塗布し、不活性雰囲気グローブボックス中で貼り合わせた後に、UV 照射または加熱によって硬化させ、封着させる。

また、封止部材に窪みを形成し、そこに乾燥剤を入れることで、素子劣化を抑制する技術が知られている。乾燥剤としては、BaOやCaOなどが用いられる。

高分子有機ELの場合も、低分子有機ELと同様の封止技術の利用が可能である。高分子有機EL素子の場合には、陰極としてCa、Baが用いられることが多いことから、低分子有機EL素子のLiF/A1の場合に比べて、水分の影響をより強く受けると考えられ、封止剤、乾燥剤についてはより精査する必要がある。

また、陰極蒸着から封止までは、不活性一貫で作成した。

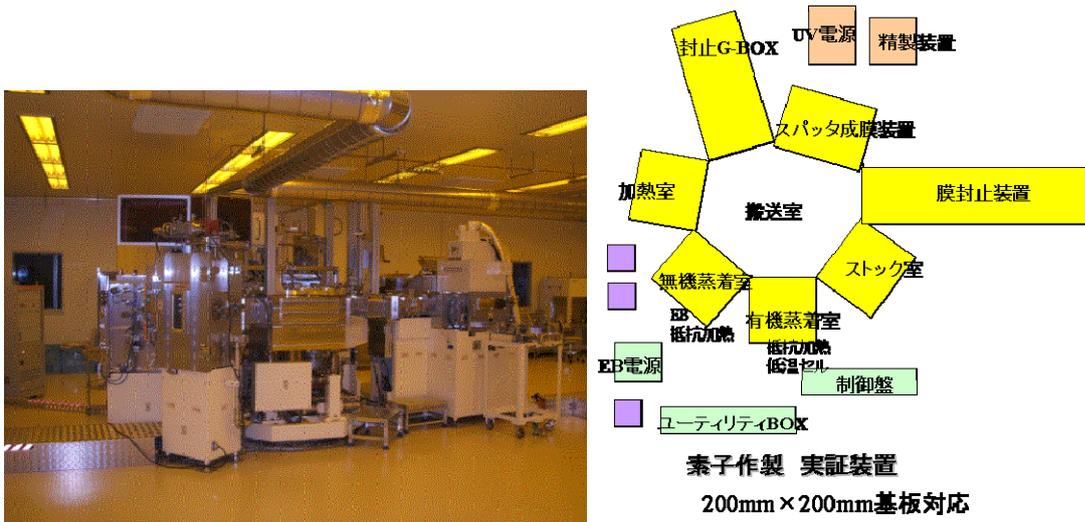


図 III.2-1-2-①-7. 素子作成実証装置



図 III.2-1-2-①-8 試作例 ドットマトリクス高分子有機EL (128RGB x 128ドット)

大型基板にスピンコート法での材料塗布を検討

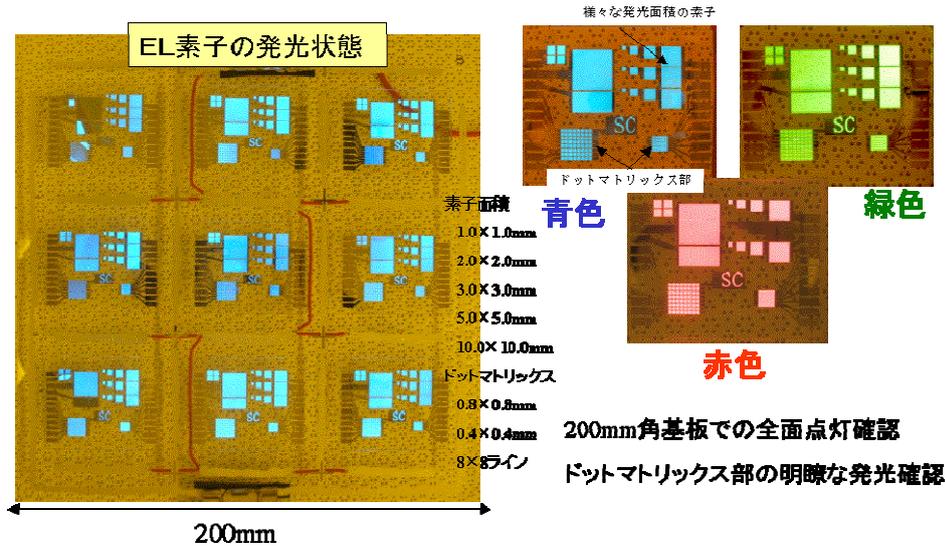


図 III. 2-1-2-①-9. 200mm角基板でのテスト素子例

②正孔注入材料

高分子発光材料の性能を引き出すためには、陽極（通常は透明電極ITO）から注入された正孔を、さらに高分子発光材料からなる発光層に注入する機能を有する正孔注入層が必要である。正孔注入層として用いることのできる材料は、銅フタロシアニン、スターバーストアミンなどの低分子材料、ポリチオフェン、ポリアニリンなどの導電性高分子、などが知られている。

このうち低分子材料は、通常は蒸着法により製膜するため、塗布によって製膜する高分子発光材料との組合せは、プロセス上のメリットが少ない。また、発光層を形成するとき用いる有機溶媒によって、溶解したり、凝集状態が変化して性質が変わったりするため、高分子有機ELに用いるには適していない。

導電性高分子は、置換基や分子量を変えることで、有機溶媒への溶解性を制御することができる。また、アルキルベンゼンスルホン酸や樟脳スルホン酸などで処理することにより、これらがドーブされ、有機溶媒に可溶化することができることが知られている。さらに、オリゴマー程度の分子量のものとポリスチレンスルホン酸などを組み合わせた場合には、水に分散させることができる。これらは、いずれも塗布により製膜することができる。

これらのうち、ポリ（エチレンジオキシチオフェン）とポリスチレンスルホン酸とからなる材料（PEDOT、Stark社製）は、水系溶液に分散させた液として市販されており、入手が容易である。また、親水性であるため、発光層形成時に使用する有機溶媒には不溶であり、容易に積層することができる。

本プロジェクトで開発した高分子発光材料をPEDOTと組み合わせて用いることで、発光効率や寿命特性が改善され、素子特性の再現性も高くなることが分かったため、PEDOTを正孔注入材料に設定した。（図 III. 2-1-2-③-1）

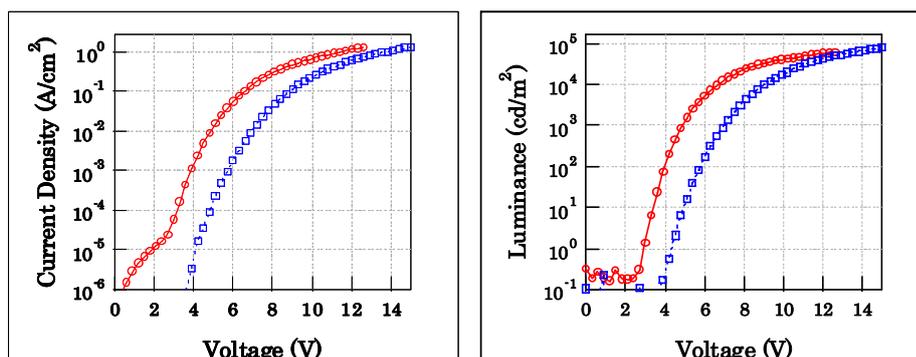


図 III. 2-1-2-③-1. インターレイヤーを含んだ高分子有機 EL 素子の構造とインターレイヤーの役割

③インターレイヤー材料

近年インターレイヤーを高分子有機EL発光素子に導入することで、発光効率や寿命が向上することが見出された。

インターレイヤーとは、高分子有機EL素子中で、正孔注入材料であるPEDOTと発光層の間に導入された層のことを言う。作成方法としては、PEDOTを形成後、インターレイヤー材料の薄膜を形成した後、熱処理によって有機溶媒に不溶化させる。この上に発光材料の溶液を塗布するが、不溶化しているために、発光層と混ざり合うことなく、発光層とPEDOT層の間に層を形成することが出来る。通常の場合、インターレイヤー材料は、発光層に用いている芳香族アミン材料を含む共重合体を使用する。

インターレイヤー材料は、一般には以下のような役割をしているとされている。図 III. 2-1-2-③-2 にその構造と、役割を示した。

- PEDOT層から発光層への正孔の注入を助ける。
- 発光層を通り抜けてくる電子をブロックする。ブロックすることで、電子の通り抜けを阻害し、再結合確率を向上させることができ、効率が向上する。また、通り抜けてくる電子がPEDOTへ到達することを防げるので、電子によるPEDOTの分解を抑制する。
- PEDOTからの不純物などの拡散を抑制する。
- 発光が陽極付近で起きている場合は、励起子のPEDOTによる消光を抑制する。

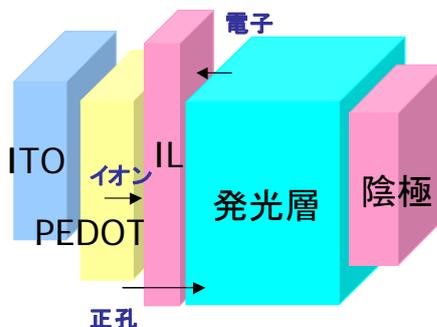


図 III. 2-1-2-③-2. インターレイヤーを含んだ高分子有機 EL 素子の構造とインターレイヤーの役割

これらの内、どの役割を果たしているかについては、現時点では明確ではないが、インターレイヤー層を用いることで、高分子有機EL素子の特性を向上することが可能であるため、本プロジェクトにおいても、インターレイヤー用の材料の検討を行った。

インターレイヤーは、正孔の注入に大きく影響を及ぼす。図 III.2-1-2-③-3 は、寿命および効率と発光材料の正孔輸送性ユニットの組成比との関係を、示したものである。ここから、発光層中の正孔輸送性ユニットの組成比の最適点は、効率と寿命で、それぞれ異なる事がわかる。

インターレイヤーは、発光層の正孔輸送性の組成比にも大きな影響を与えることから、発光材料に最適なインターレイヤーを探索するだけでなく、発光材料の組成比をインターレイヤーに最適化する必要がある。

本プロジェクトでは、インターレイヤーと発光材料を最適化した結果、目標を達成することが出来た。

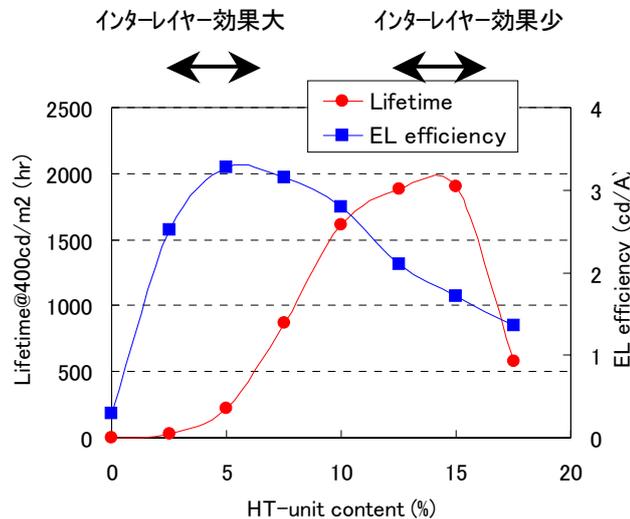


図 III.2-1-2-③-3. 発光材料の正孔輸送性ユニットの組成比と効率および寿命

④陰極

イ. 従来の陰極材料

有機EL用の陰極材料としては、低分子有機EL素子において、広く検討されており、次のような性質を示すものが用いられている。

- 適度な仕事関数を有し、有機物層への電子注入障壁が小さい。
- 均一な薄膜形成が可能。
- 高い電気伝導度を有する。

低分子では、LiF/Alの積層膜を用いることが一般的であり、LiFの代わりに、Liイオン(金属)をドープした有機材料も用いられている。一方高分子は、仕事関数の小さい、アルカリ金属やアルカリ土類金属とAlの積層膜を用いることが一般的である。仕事関数の小さな金属(アルカリ金属のリチウム、

ストロンチウム、セシウム、アルカリ土類金属のカルシウム、マグネシウム、バリウムなど)を用いると、電子注入が容易になり、一般に電子電流が大きくなることが知られている。ただし、これらの金属は非常に活性であり、空気中では不安定であるため、取り扱いが容易ではなく、単独で陰極とするのは適切ではない。

従って、仕事関数が大きく、比較的安定な金属と共蒸着を行ったり、積層して蒸着する方法が用いられている。

例えば、低分子有機EL素子においては、当初、マグネシウムと銀の合金が用いられており、その後、アルミニウムとリチウムの合金などが用いられるようになった。現在では、上述のようにLiF/Alの積層電極が用いられている。

また、アルカリ金属やアルカリ土類金属の酸化物やフッ化物などを極薄く蒸着した後に、アルミニウムなどを蒸着すると、電子注入性に優れた陰極となることが知られている。これに関しては、絶縁性の金属酸化物や金属フッ化物に大きな電界がかかることにより、トンネル電流によって注入が起こるといふ説や、後から蒸着するアルミニウム等による冶金学的な化学反応により遊離するアルカリ金属またはアルカリ土類金属が有機物と相互作用して、高電気伝導度の電荷注入バッファ層が形成されるという説などがある。

アルカリ金属やアルカリ土類金属の酸化物やフッ化物は、酸素に対して安定であり、活性な金属よりも取り扱いが容易であるので、例えば、フッ化リチウムとアルミニウムからなる陰極が、低分子有機EL素子では、広く用いられるようになっている。

通常、低分子有機EL素子の場合、発光層と陰極との間に、電子注入層を設けるので、陰極が接するのは、電子注入層である。電子注入層は、RGBともに共通の電子注入材料を用いることが可能であり、その電子注入材料に最適な陰極材料を選択すれば良い。

ロ. 高分子有機EL素子用の陰極材料の探索

高分子有機ELにおいては、高分子発光層の上に真空蒸着により陰極を形成する。高分子有機ELの場合も、当初は、低分子有機ELと同様の陰極で検討が進められていたが、発光材料の違い、素子構造の違いにより、必ずしも最適とは限らなかった。

発光材料に適した陰極を探索するために、汎用蒸着装置を導入した。

各種アルカリ金属、アルカリ土類金属の比較検討により、高分子有機EL素子では、カルシウム、バリウムが有効に機能することが確認された。

また、フッ化リチウムなどの絶縁材料を極薄く界面に蒸着する手法に関しても検討を行い、フッ化リチウム/アルミニウム陰極が、アルミニウム単独の陰極よりも電子注入が優れることが分かった。しかし、高分子有機EL素子においては、さらにカルシウムを用い、フッ化リチウム/カルシウム/アルミニウムとすると、非常に良好な素子特性が得られた。

しかし、これら陰極は、青色発光材料には有効であっても、緑色や赤色の発光材料の場合には、素子の発光効率や寿命特性がカルシウム/アルミニウムよりも劣ることが分かった。

フルカラーの高分子有機EL素子に用いるためには、RGBのいずれの発光材料に対しても、有効に機能する陰極材料が必要である。

各種の陰極をスクリーニングした結果、バリウム／アルミニウム陰極が、RGBのいずれに対しても比較的良好な特性を示すことが分かった。

ハ. 陰極の最適化

高分子有機EL素子において、カルシウム電極を用いる場合、蒸着時の真空度が特性に大きな影響を与え、必ずしも、高真空度での蒸着による高純度なカルシウムが、良い特性を示さないことが知られている。

まず、フッ化リチウム／カルシウム／アルミニウム陰極を最適化するために、フッ化リチウムとカルシウムとを、それぞれ、蒸着速度（0.1 nm/秒～10 nm/秒程度）、蒸着膜厚（1 nm～数百 nm）をいろいろ変えて、スクリーニングを行った。アルミニウムは、カルシウムをカバーするとともに、十分な電気伝導度を得るために、300 nm以上の厚さで積層した。

フッ化リチウム、カルシウムともに、蒸着速度は1 Å/秒程度、膜厚数 nm程度が良好な結果を与えた。

バリウム／アルミニウム陰極を最適化するために、同様な検討を行った結果、蒸着速度は1 Å/秒程度、膜厚数 nm程度が良好な結果を与えることが分かった。

これらの電極は、使用する発光材料の種類によっても、最適な条件が異なっていることより、陰極からの電子注入が適度に制御されることによって、電荷バランスが良好に保たれることが重要と考えられる。

表 III. 2-1-2-④-1. 陰極の設定

	陰極		
	Ca/Al	LiF/Ca/Al	Ba/Al
青色	×	○	○
緑色	○	×	○
赤色	○	×	○

ニ. 陰極の形成方法

アルミニウムは、比較的厚く形成する必要があるため、抵抗加熱法よりもスパッタ法の方が有利である可能性がある。

しかし、スパッタによる蒸着では、高分子発光層のダメージが大きいことが分かった。

⑤解析

イ. パネル評価装置

ドットマトリックス型高分子有機EL素子（128RGB×128）を試作し、パネル評価装置で欠陥、ムラ等を検討した。駆動回路との接続不良によって、線欠陥が発生することが問題であったが、条件検討により低減できた。また、発光層の塗布ムラによって各種の欠陥が発生したが、インク調製と塗布条件を検討することにより、低減できた。

ファイバーにより光を取り込み、発光スペクトル、輝度、色度を測定

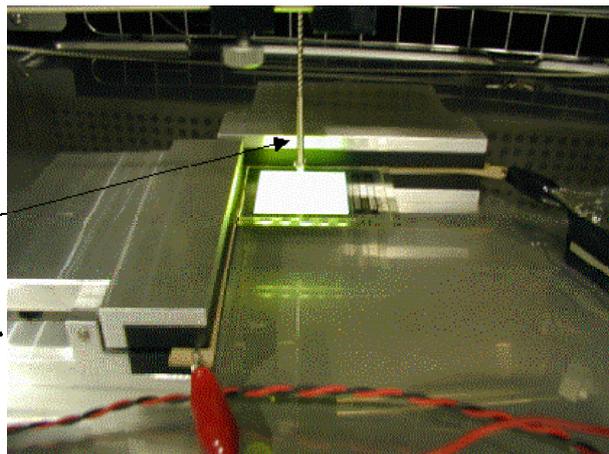


図 III.2-1-2-⑤-1. パネル評価装置（恒温恒湿槽内）

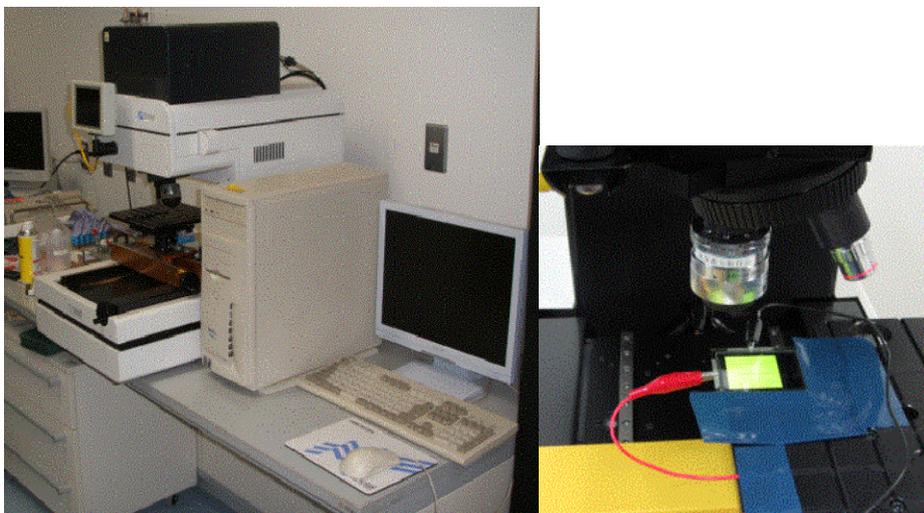


図 III.2-1-2-⑤-2. 顕微EL測定装置

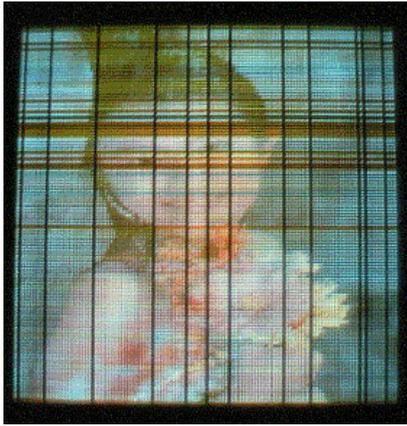


図 III. 2-1-2-⑤-3. パネル欠陥の観察例（線欠陥）

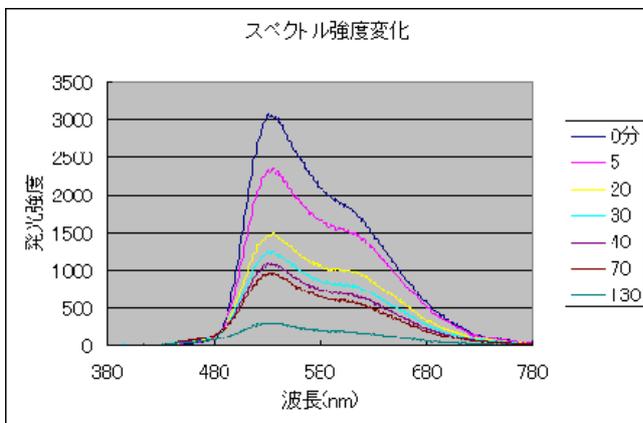
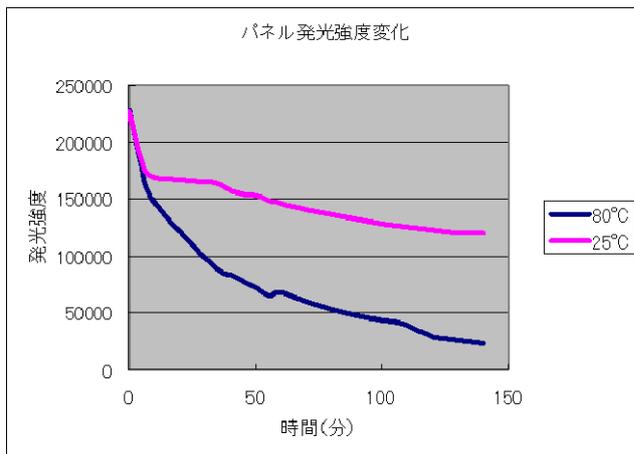


図 III. 2-1-2-⑤-4. パネルでの駆動寿命とスペクトル変化

ロ. ドットマトリクス駆動評価装置

材料の評価においては、従来は、単独の画素で、定電流の駆動寿命の評価を行うことが多かった。しかし、ドットマトリクスでの駆動においては、駆動条件（波形、電流密度など）が大きく異なっており、そのような実際の駆動条件での寿命評価は、材料の実用特性を確認するために、重要である。導入したドットマトリクス駆動評価装置を用いて、駆動条件と特性を検討した。定電流から単純に換算して推定するよりも長寿命となる可能性が見出された。

ハ. 素子特性評価

開発した高分子発光材料を評価するための素子は、初期特性として、電流－電圧－輝度特性、発光スペクトルなどを評価した後、定電流またはパルスモードでの駆動寿命測定を行った。



図 III.2-1-2-⑤-5. 初期特性評価装置（左：外観、右：内部）



図 III.2-1-2-⑤-6. 寿命特性評価装置（左：外観、右：素子取り付け部）

二. 材料物性評価

開発した高分子発光材料や選択した周辺材料の物性を測定し、前記の素子特性評価の設備で得られた特性との関係を解析することにより、材料特性の改良を行った結果、上述したようなプロジェクト目標を達成する高分子発光材料の開発に成功した。

⑥光電変換材料など（双方向素子の検討＝大阪大学：横山教授との共同研究）

小型スキャナーや接写カメラなどユビキタス時代に対応した市場を想定し、光電変換材料について、材料・素子設計から検討し、双方向機能の実証を行なう目的で、を行なった。

まず、光電変換素子と高分子有機 EL 発光素子を独立して ITO 基板上に形成したコプラナー型双方向光-光変換素子を検討した（図 III.2-1-2-⑥-1）。

その結果、光電変換素子に $50 \mu \text{Wcm}^{-2}$ の 400nm の光を照射することで、 200cd/m^2 の比較的良好な高分子 EL 発光を観測することが出来た。このときの光-光変換効率は 300 倍に達し、本素子において光増幅が可能であることを示した。

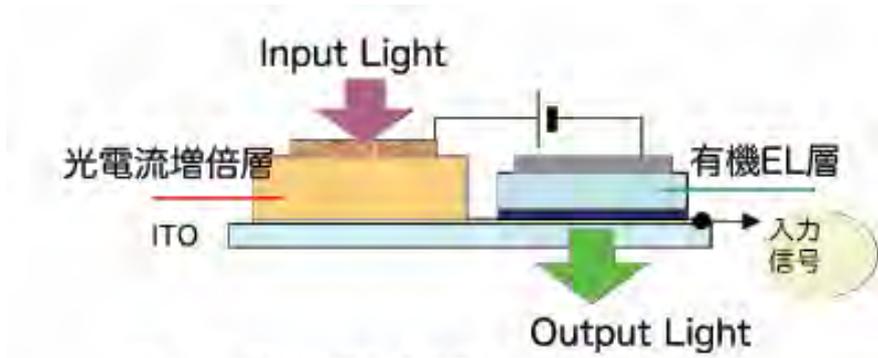


図 III. 2-1-2-⑥-1. コプラナー型双方向光-光変換素子の構造

次いで、新しく光電流増倍現象を示す受光層と有機 EL に基づく発光層の間に中間フローと電極を挿入した、「スタック型光変換素子(図 III. 2-1-2-⑥-2)」を検討した。

この「スタック型光変換素子」では、光増幅率は最大 10 倍程度であり、上述のコプラナー型素子に比較して小さいが、異なる構造の光電変換素子と有機 EL 発光素子を隣接して作りこむコプラナー型素子に比べ、スタック型素子では順次積層し、一体化できることから、溶液塗布等で素子作成が行なえる高分子素子に適していると思われる。更に、スタック型素子では、中間フロート電極をパターンニングするだけで、入力光に対する空間分解能を獲得できる特徴を持っている。実際、図 III. 2-1-2-⑥-3 に示すように、全面入力光に対して、中間フロート電極がある部分だけで光増幅が起こり、有機 EL 素子から出力光が観測され、2次元画像の入力光に対して、そのパターンを保持した EL の出力が得られた。

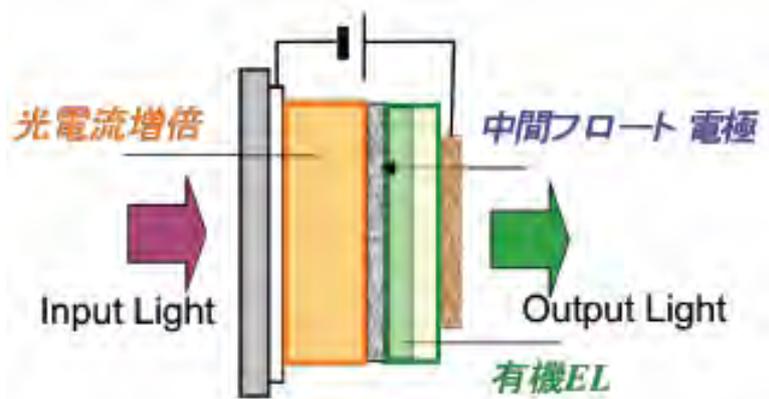


図 III. 2-1-2-⑥-2. スタック型双方向光-光変換素子の構造

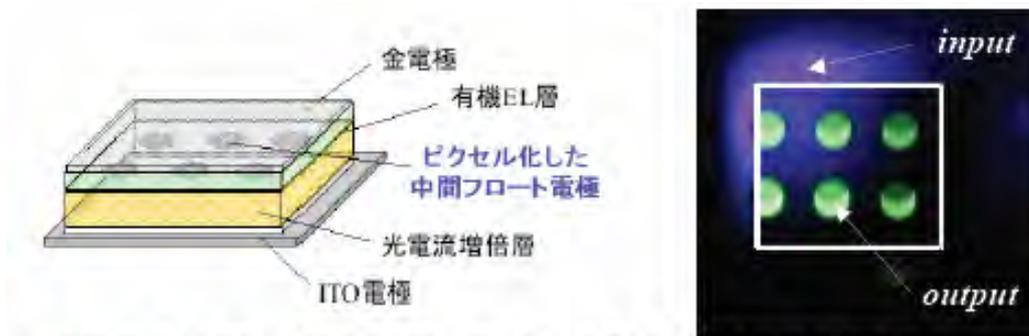


図 III. 2-1-2-⑥-3. 中間フロート電極のパターニング素子の構造とその動作写

さらに、スタック型素子の高性能化の検討を行なった。まずは低分子有機 EL 素子をも用いて、種々の検討を行なった結果、中間フロート電極に Al/Au の積層電極を用いることによって、約 10^6 に及ぶ大きな光電流倍を示すことが分かった。

次いで、高分子有機 EL 素子を用いて検討した結果を図 III. 2-1-2-⑥-4 に示す。その結果、 15cd/m^2 程度の発光輝度ではあったが、高分子発光材料を用いた双方向変換素子としては初めて、入力光に対する明確な応答を得ることが出来た。

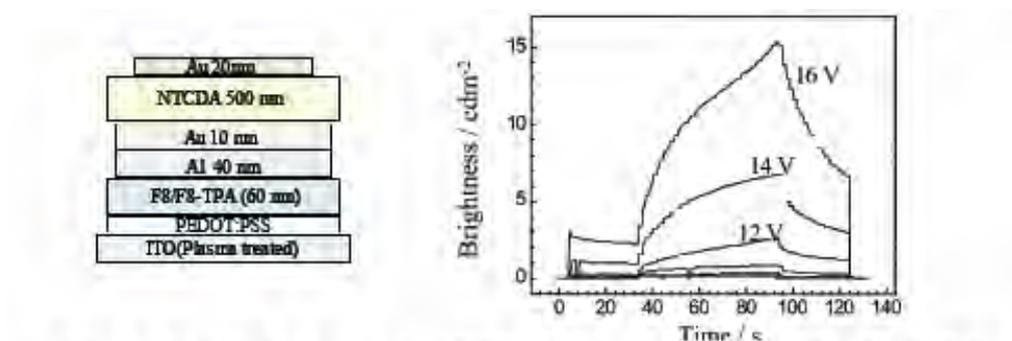


図 III. 2-1-2-⑥-4. 高分子有機 EL 素子を用いたスタック型双方向光変換素子の構造と光応答性

以上のように、双方向性素子は高分子有機 EL 素子を用いた新規用途に対して、非常に優れたポテンシャルがあり、高分子発光材料の特性と素子設計やプロセス技術が向上にともない、大きな新規市場となりうる可能性があると考えられる。(図 III. 2-1-2-⑥-5)

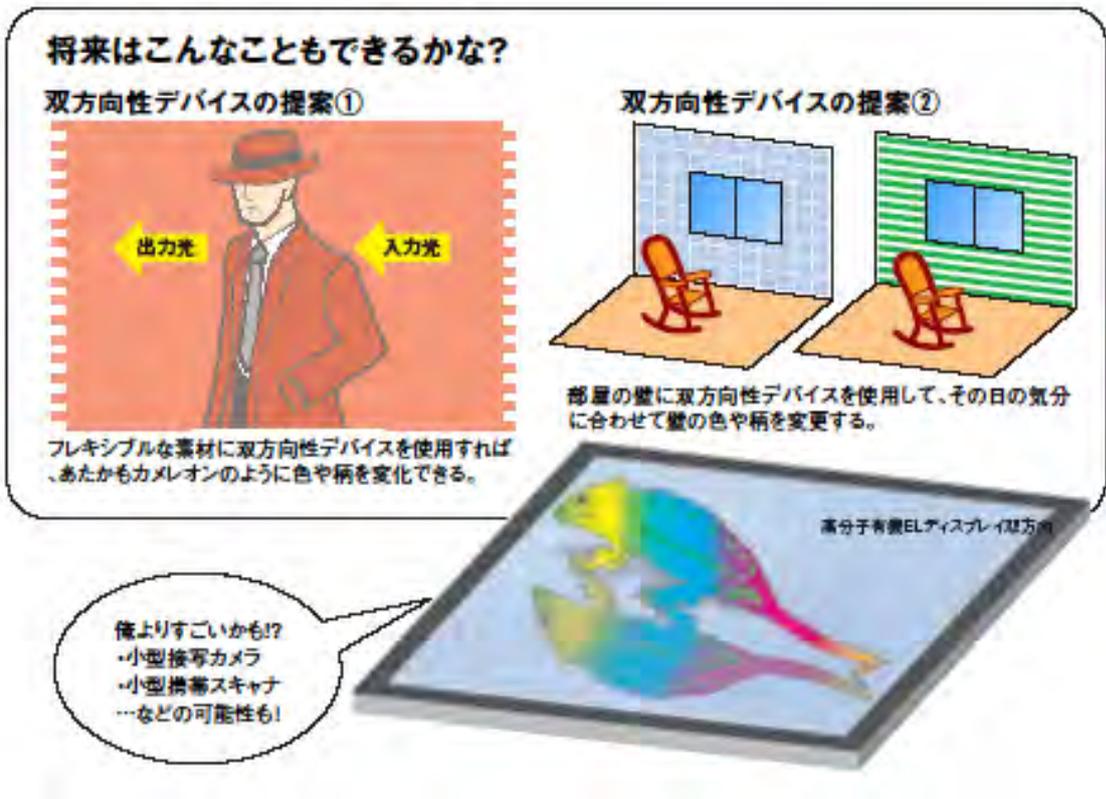


図 III. 2-1-2-⑥-5. 双方向性素子の新規用途

2-2 有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発

2-2-1 最適成型加工技術開発の成果

①インクフォーミュレーションとインクジェット法

高分子発光材料およびインターレイヤー材料、電荷注入材料（PEDOT）をインクジェット法によって成膜するためには、以下のような条件を満たさなくてはならない。

- ・インクジェットノズルから液滴の吐出ができること
- ・液滴が基板上的適切な位置に着弾して液膜が形成されること
- ・基板上的液膜が適度な速度で乾燥すること
- ・得られる薄膜が所望の厚さで、かつ全領域で均一な厚さであること

そこで、導入したインクフォーミュレーション検討装置を用いて、高分子発光材料のインク溶液の粘性測定や、インクジェット装置でのインク溶媒の吐出挙動の測定を行い、最適なインクの探索を行なった。

また、インク化に適した高分子発光材料を合成するために、インク開発用材料合成装置を導入した。また、溶媒の純度の影響を調べるために、溶媒精製装置を導入して検討を行なった。

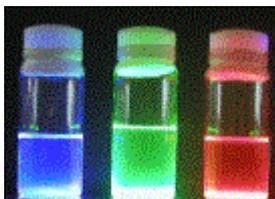


図 III.2-2-1-①-1. 開発した RGB インク



図 III.2-2-1-①-2. インクジェット塗布装置（左：Litrex120 本体、右：ヘッド部）

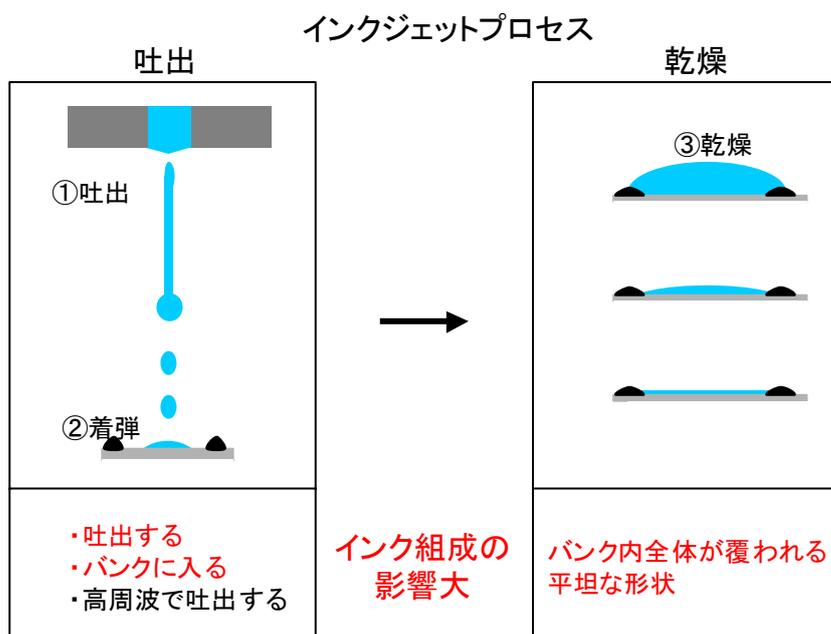


図 III. 2-2-1-①-3. インクジェット法におけるインクの役割

インクジェット法において、装置から吐出される液滴のサイズ、形状などは、用いる材料、装置設定などの諸条件により制御しなくてはならない。

諸条件を変えながら、インクジェット液滴を図 III.2-2-1-①-4 の解析装置を用いてインク液滴を解析した。

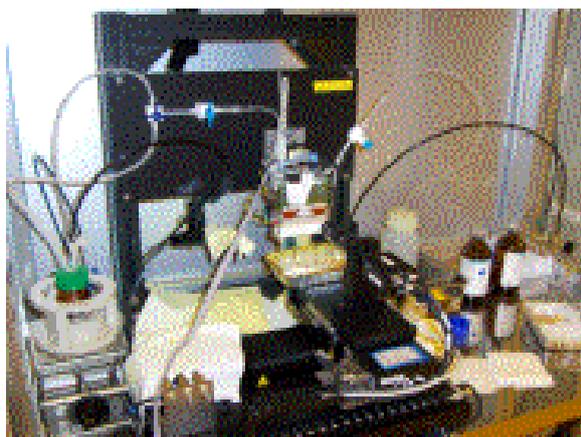


図 III. 2-2-1-①-4. インクジェット液滴解析装置

また、高分子発光材料の溶液濃度と粘度は相関があり（図 III.2-2-1-①-5）、インクジェット吐出の際のインクの直進性に対して影響を与える（図 III.2-2-1-①-6）。それと同時に、高分子発光材料の溶液濃度

は、形成される基板上的膜厚にも影響を与える。従って、これら諸条件を鑑みて、適切な濃度を選択することが必要である。

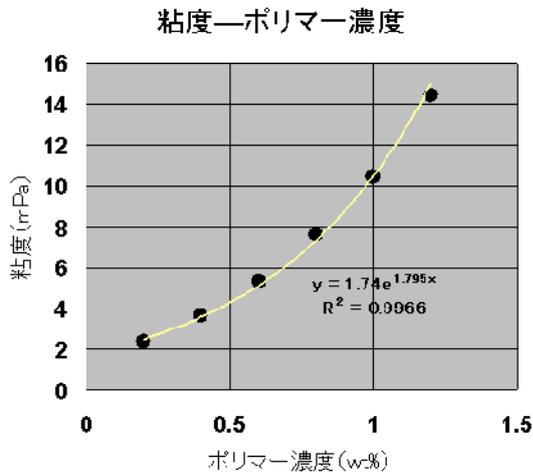


図 III.2-2-1-①-5. ポリマー溶液濃度と粘度の関係 (例)

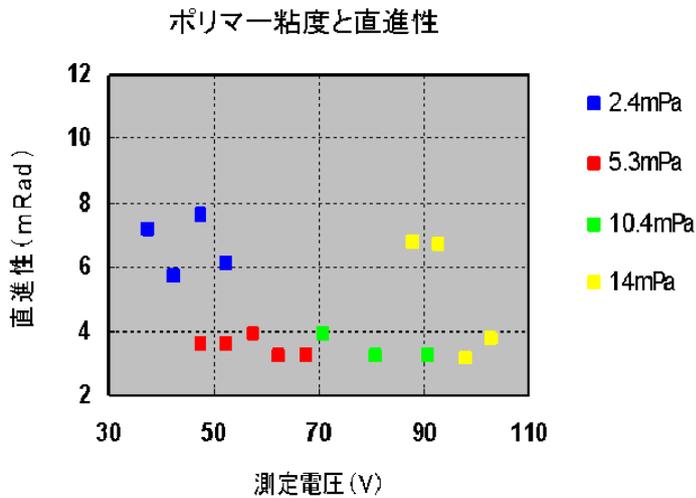


図 III.2-2-1-①-6. インクジェット吐出特性の検討

インクジェット法での塗布膜の形成は、形成される基板（バンク）の形状や表面状態によって大きく影響を受ける。

例えば、電荷注入層として用いられる PEDOT を ITO 上に塗布した場合、表面を UV 処理した後の経過時間によって、接触角が変化する（図 III.2-2-1-①-7）。発光層を塗布する場合にも、同様に表面形状や表面状態が非常に重要であり、これを適切に設計、処理することにより、均一な薄膜を形成することができる。

ITO上のPEDOT接触角の経時変化の様子

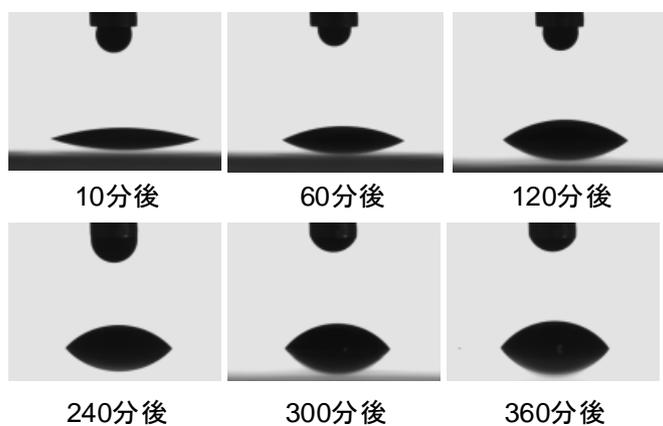


図 III. 2-2-1-①-7. ITO 上の PEDOT 接触角の経時変化

また、乾燥後の膜形状は、溶媒の種類によって異なることが分かった。均一に発光させるためには、平坦で均一であることが必要であり、溶媒の選択は非常に必要であった。

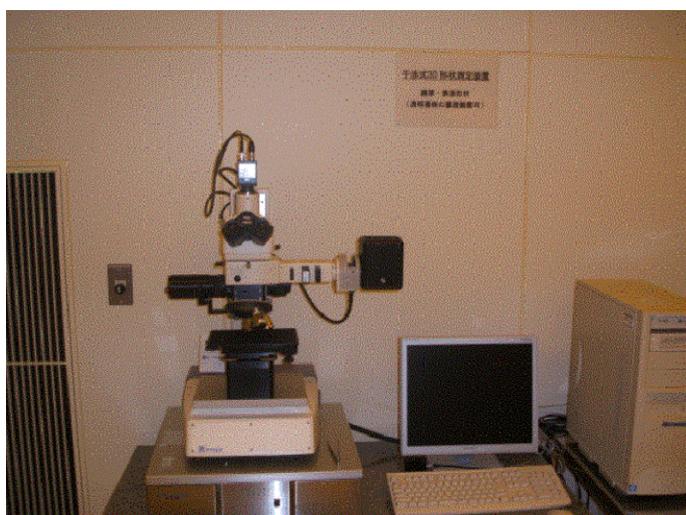


図 III. 2-2-1-①-8. 干涉式3D形状測定装置 (塗布されたポリマーの形状解析)

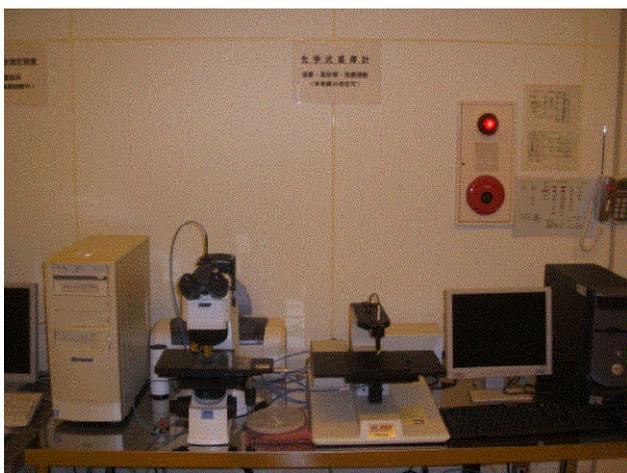


図 III. 2-2-1-①-9. 光学式膜厚計 (塗布された高分子発光材料の膜厚評価)

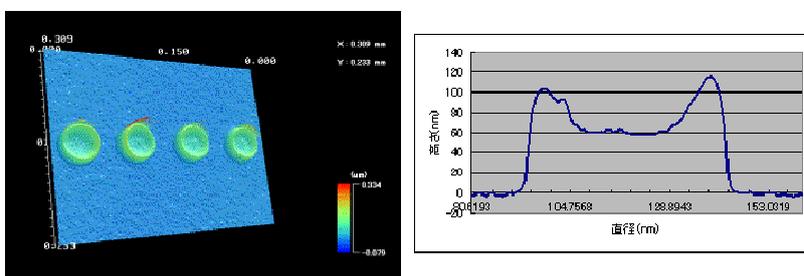


図 III. 2-2-1-①-10. インクジェットによる膜の形状の観察例

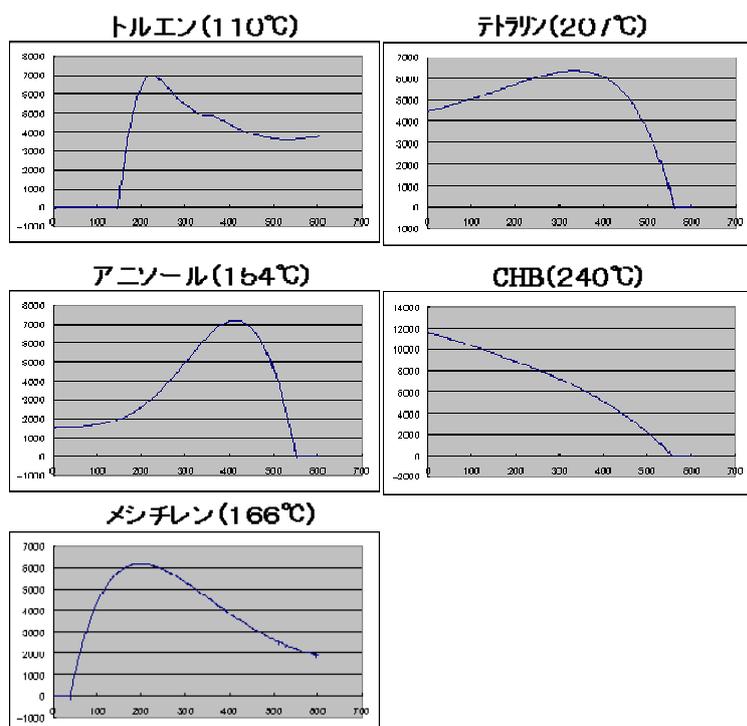


図 III. 2-2-1-①-11. 溶媒の種類によるインクジェット塗布膜の形状の違い

諸条件を検討するために、インク開発用基板作成装置を用い、基板上に形成するバンクの形状や表面状態と塗布膜の形状の相関関係の検討を行ない、均一な塗布膜形成に与える因子を抽出した結果、(図 III.2-2-1-①-12) に示すような状態から (図 III.2-2-1-①-13) に示すように、赤、緑、青発光材料の画素を高精度、均一に形成することができた。

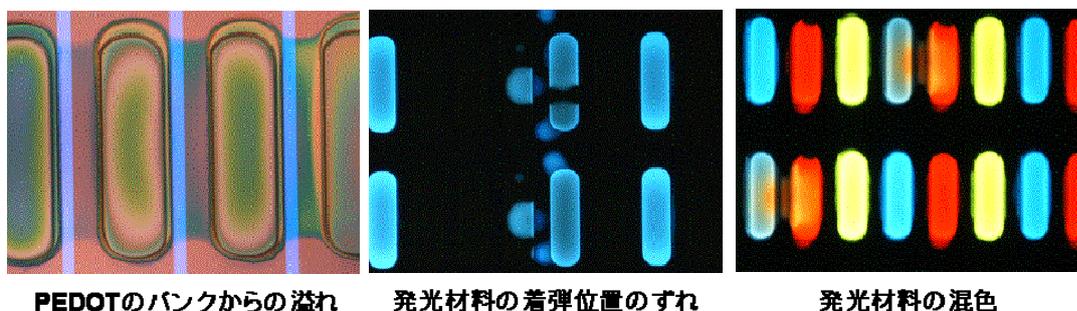


図 III. 2-2-1-①-12 インクジェット塗布の失敗例

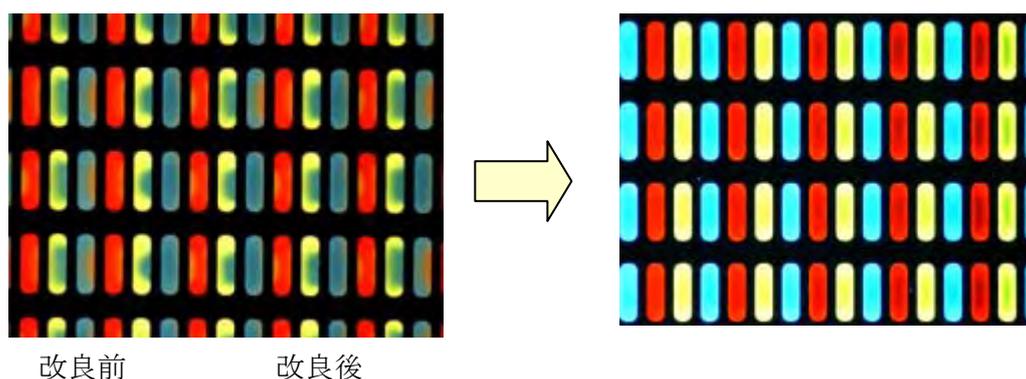


図 III. 2-2-1-①-1. インクジェット法による画素形成

②封止技術

イ. 膜封止

対向電極基板が不要で、基板のみでよく、また、極薄という高分子有機ELの特徴を生かすためには、封止に用いる部材は缶封止ではなく、膜封止が理想である。また将来、基板がガラスではなく、フレキシブルなプラスチックなどになった場合には、封止部材もフレキシブルであることが必須となる。

ただし、ガラス並みのバリア性（低酸素透過率、低水分透過率）を達成するためには、特殊な膜封止技術が必要である。

これまでに知られている技術の中で、有機／無機積層膜を用いる方法が、これらの条件を満たしている可能性が高く、また、V i t e x社が膜封止装置を販売を開始したことから、これを導入した。導入した膜封止装置を用い、無機（金属酸化物）／有機（UV硬化樹脂）積層膜による膜封止の検討を行った。実証装置と直結することで、不活性雰囲気を破らずに、膜封止が可能である。

酸化膜は反応性スパッタ法（パルス DC 電源）にて行った。アルミニウム（6N）ターゲットを用い、 O_2 ガスを導入しアルミナの緻密な酸化膜を形成した。この膜が基本的にバリア特性に最も影響を与える。

有機層は、エバポレータでモノマーを気化し、スリットからモノマーを噴出させ、そのスリット上を基板が搬送されることによって、基板にモノマーが付着し、それを UV でキュアすることによって重合しポリマーにすることで形成した。

C a 蒸着膜をテストサンプルとして、上記膜封止を行うことにより、十分なバリア性が得られ、C a の酸化が抑制されることが確認できた。ガラス封止との比較でも遜色ないことより、水分と酸素に対して、有機 E L で要求されるバリア性 ($10^{-4}g/m^2/day$ レベル) を有していると考えられる。

また、ガラス基板の上に、高分子有機 E L 素子を形成し、膜封止を行ったところ、ガラスを貼り合わせる方法に比べて、非常に薄い素子が形成できた (図 III.2-2-1-②-1)。

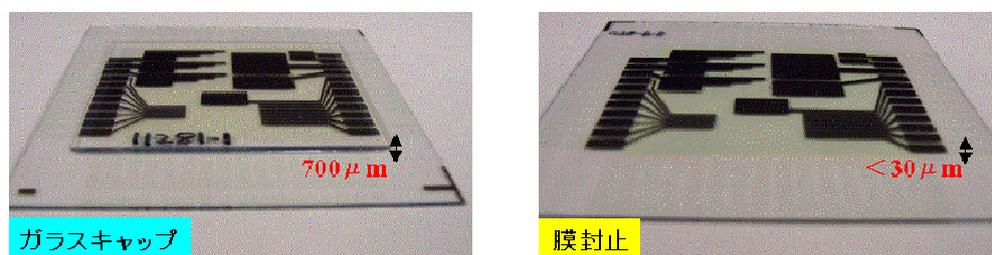


図 III.2-2-1-②-1. ガラス封止（左）と膜封止（右）の比較

ロ. 膜封止装置

導入した膜封止装置（VITEX 社製）（図 III.2-2-1-②-2）を用いて、バリア膜の製膜条件とその特性を検討した。



図 III.2-2-1-②-2. 膜封止装置（VITEX 社製）

ハ. 酸化膜成膜検討

酸化膜は反応性スパッタ法（パルス DC 電源）にて行った。アルミニウム（6N）ターゲットを用い、 O_2 ガスを導入しアルミナの緻密な酸化膜を形成した。この膜が基本的にバリア特性に最も影響を与える。

また、スパッタ成膜時に発生するプラズマ等からのダメージを軽減するために Cathode1 はターゲット上に網目のスクリーンを設けることでプラズマが基板に極力影響を与えない仕様とした。Cathode 2 にはスクリーンは設けず、そのため高速で無機層を形成することができる仕様とした。

i) Cathode1 の膜厚検討

装置の基本性能を確認するため、標準条件での膜厚、基板内での膜厚分布を計測した。

<実験条件および結果>

測定ポイント

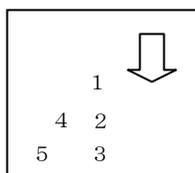


表 III.2-2-1-②-1

成膜条件

条件	設定値
sub. No.	060210-1
recipe No.	1
power	2000W
voltage	380V
current	5.25A
Ar Flow	30sccm
O_2 Flow	12.5sccm
pressure	0.33Pa
trance rate	230mm/min
Pass time	11

測定結果

測定点	膜厚(Å)	分布
①	1660	7.4%
②	1530	
③	1600	
④	1430	
⑤	1430	
平均	1530	

1pass	139
-------	-----

上記のような条件で 11pass 行った結果、平均膜厚は 1530 Å、分布は 7.4%であり良好であった。

ii) Cathode1 の process window の検討

次に、Cathode1 の場合、O₂ の供給量によってスパッタの電圧が変化し、それに応じて成膜速度、膜質に大きな影響を与えるため、O₂ 流量がスパッタ電圧に与える影響を検討し、最適な O₂ 流量範囲を確認した。

<実験条件および結果>

スパッタ power : 2000W、Ar : 30sccm、圧力 0.33Pa

O₂ 流量 : 0~15.5sccm の範囲で変化させる

図 III.2-2-1-②-3 にスパッタ power 一定にし、O₂ 流量の変化によるスパッタ電圧の依存性を示している。O₂ 流量が増加していくと 13.5sccm を堺に急激にスパッタ電圧の低下が見られる。スパッタ電圧が低下している領域では成膜速度が遅く膜質も悪化する。また、O₂ 流量が少ない場合は Al リッチのメタリック色になり透過率が極端に低下する。よって、バリア性と透過性、成膜速度を兼ね備えたアルミナ膜を形成するにはスパッタ電圧が下がる手前の O₂ 流量が最適であった。本装置においては 12~13sccm が最適な O₂ 流量であった。

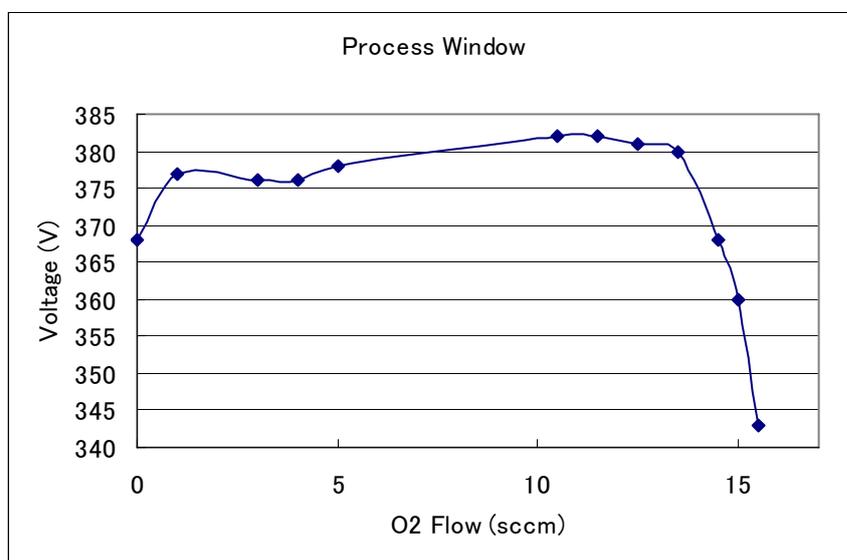


図 III.2-2-1-②-3. スパッタ電圧依存性

iii) Cathode2 の膜厚検討

装置の基本性能の確認のため、標準条件での膜厚、基板内での膜厚分布を計測した。

<実験条件および結果>

表 III. 2-2-1-②-2

成膜条件

条件	設定値
sub. No.	060210-2
recipe No.	2
power	2000W
voltage	295V
current	6.80A
Ar Flow	30sccm
O ₂ Flow	IRESS
pressure	0.33Pa
trance rate	230mm/min
pass time	11

測定結果

測定点	膜厚(Å)	分布
①	2265	4.9%
②	2390	
③	2220	
④	2360	
⑤	2450	
平均	2337	

1pass	212
-------	-----

Cathode2 はスパッタ電圧 (今回は 295V) を一定に保つように O₂ 流量をコントロールする機構 (IRESS) が備わっている。また、スクリーンがなくターゲットと基板の距離も近いことから高速成膜が可能である。Cathode1 の 139Å/pass に対して Cathode2 は 212Å/pass と成膜速度を増加させることができた。面内分布も 4.9%と良好であった。

ニ. モノマー (ポリマー) 成膜検討

i) 基板処理検討

ガラス基板を用いた場合、洗浄状態によりモノマー成膜時のモルホロジーが変化する。そこで、ガラスの洗浄条件を変えモノマー成膜へ与える影響を調べた。

<実験条件>

モノマーFlow rate : 0.3ml/min、UV パワー : 60%、移動速度 : 750mm/min

洗浄条件

A 基板 : wet 洗浄後大気中で 3 週間放置+UV 洗浄 10 分

B 基板 : wet 未洗浄+UV 洗浄 10 分

C 基板 : wet 洗浄後大気中で 1 日放置+UV 洗浄 10 分

D 基板 : wet 洗浄後大気中で 1 日放置+UV 洗浄なし

<結果>

- A 基板：透明なポリマー膜形成。パーティクル多し。
- B 基板：透明なポリマー膜形成。パーティクル極めて多し。
- C 基板：透明なポリマー膜形成。パーティクルほとんど無し。
- D 基板：海島状になっており、マクロ的には半透明のすりガラス状態。

UV 洗浄したものは透明で、しないものはすりガラス上になっている。これは、モノマーと基板との濡れ性が関連しているものと思われる。UV 処理によって親液性になり接触角が低下しモノマーが塗り広がることができる。逆に UV 処理を行っていないものは、基板とモノマーの接触角が大きく、よって、モノマーが広がらずにドット状になってしまうと考えられる。また、スパッタによりアルミナを形成した膜状ではモノマーがドット状になることはなく、形成された膜は透明である。しかし、同じ酸化膜でも ITO/PEN フィルム上に UV 洗浄（10 分）を行い、ポリマー膜を形成したものは縞状で斑なモホロジーを示した。したがって、1 層目にモノマー層を形成する場合には、基板との濡れ性を十分に考慮に入れる必要がある。

ii) モノマー（ポリマー）膜厚検討

膜封止での有機層の形成手順は次のとおり。エバポレータでモノマーを気化し、スリットからモノマーを噴出させる。そのスリット上を基板が搬送されることによって、基板にモノマーが付着する。それを UV でキュアすることによって重合しポリマー層を形成する。モノマー膜厚の制御はエバポレータの温度が一定の場合（通常 200℃）、チャンバーへ送り込まれるモノマー量によって行う。そこで、モノマー量を変化（0.2、0.3、0.4ml/min）させ膜厚との関係を調べた。同時に面内の膜厚分布も計測した。

ポリマー層の膜厚は表 III.2-2-1-②-3 のようになった。

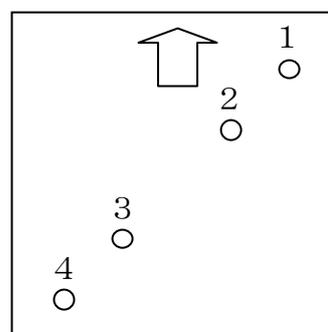
<実験条件>

Depo speed : 750mm/min、 UV Power : 60%、 UV speed : 750mm/min

monomer flow rate : 0.2、0.3、0.4ml/min

測定方法：αステップ（接触式段差計）

測定箇所



基板

表 III.2-2-1-②-3 ポリマー層の膜厚分布

基板 No.	モノマー Flow Rate (ml/min)	膜厚①	膜厚②	膜厚③	膜厚④	平均 (μm)	分布 (max min) /(max+min)
12/14-7	0.2	0.85	0.76	0.74	0.98	0.83	14.0%
12/14-6	0.3	1.27	1.34	1.45	1.21	1.32	9.0%
12/14-8	0.4	1.74	1.65	1.67	1.57	1.66	5.1%

図 III.2-2-1-②-4 はモノマーの Flow rate と膜厚との関係をグラフにしたものである。モノマー量に比例して膜厚が大きくなっていることが分かる。よって、エバポレータの温度が一定ならば、ポリマー層の膜厚はモノマー Flow rate により制御することができる。

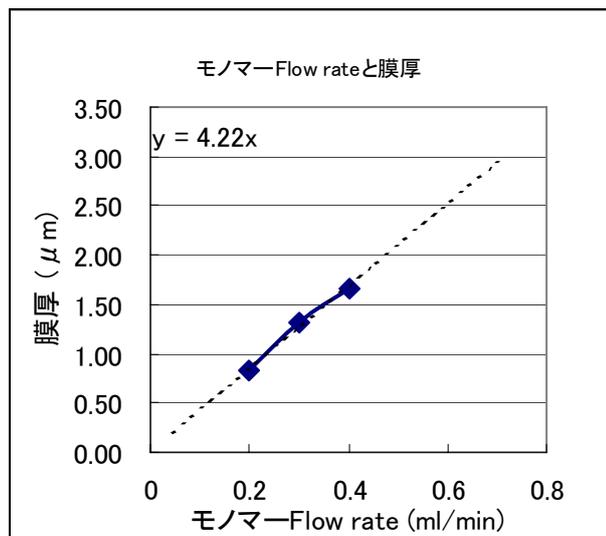


図 III.2-2-1-②-4. モノマーの流量と膜厚

図 III.2-2-1-②-5 は、各モノマー Flow rate でのポリマー層の基板面内膜厚をプロットしたものである。低モノマー Flow rate では分布は 14.0%と悪いものの rate を増加させると次第に 9.0%、5.1%と良くなる傾向にあった。また、分布の形状についてはモノマー Flow rate との相関はあまり強くないものと思われる。膜封止で使用するポリマー厚は通常 0.8~1.0 μm 程度であり、膜厚分布を考慮してもモノマー Flow rate を 0.2~0.3 程度で使用して問題ないことが分かった。

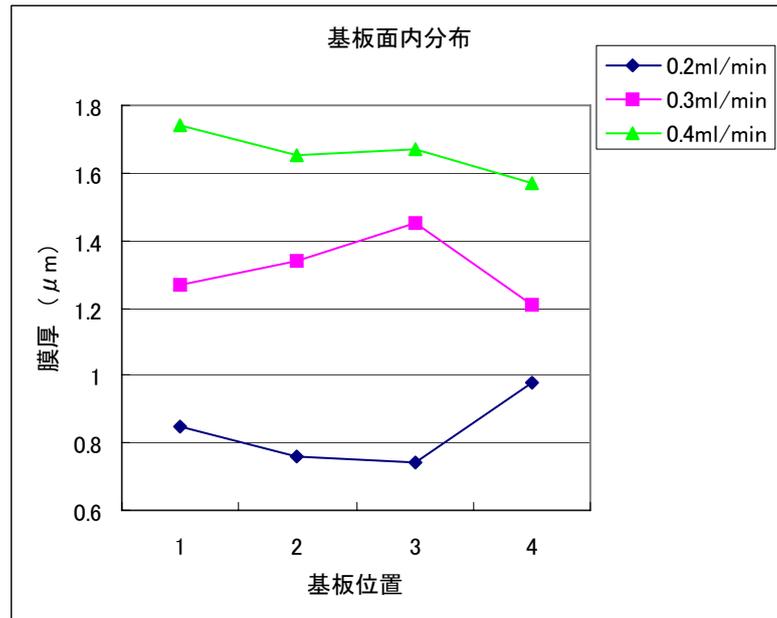


図 III.2-2-1-②-5. 基板内の膜厚分布

③陰極形成技術

陰極材料を 1nm~1 μ m の厚みで±10%の精度で2層以上形成を達成することが目標である。

イ. ダメージレス製膜技術開発

ダメージレス製膜技術は、有機EL素子製造において非常に有効な技術であり、トッキとしては本テーマを最適成型加工技術開発の最重点テーマの一つとしてとらえ開発を行った。

平成 16 年度において、ダメージ対策機構付電子ビーム製膜法(EB)により、抵抗加熱製膜法(RE)と同等の高分子有機EL素子性能を確保できる事を実証した。

この時の電圧 - 輝度特性を図 III.2-2-1-③-1 に、電圧-E L 効率特性を図 III.2-2-1-③-2 に示す。

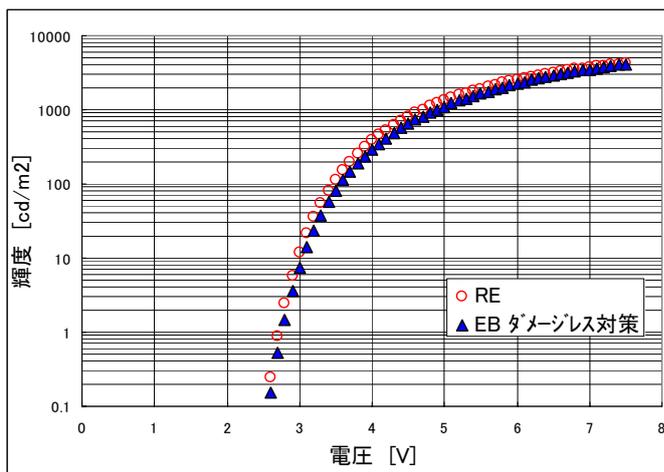


図 III.2-2-1-③-1. 電圧 - 輝度特性

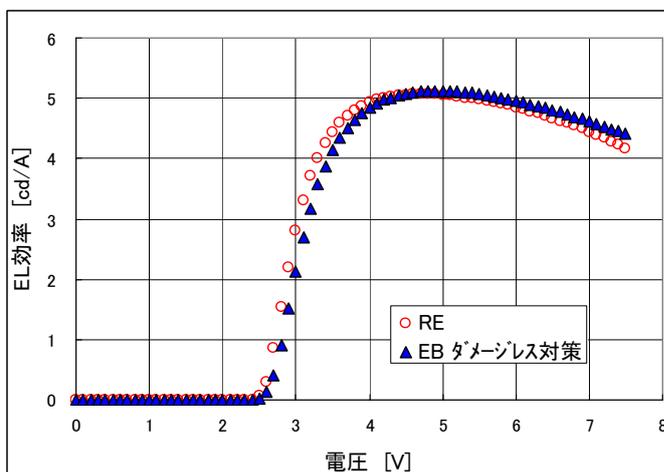
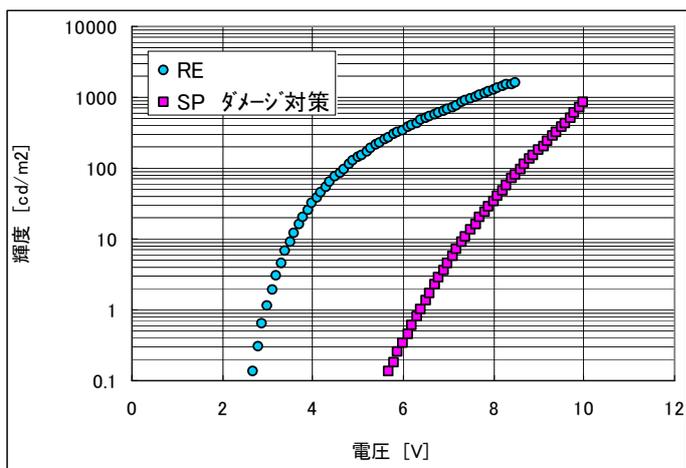


図 III.2-2-1-③-2. 電圧-EL効率特性

更に、現在大型基板用 TFT-LCD デバイス向けの製膜法として採用されており、かつ蒸着法よりもプロセス制御が容易で量産性に優れていると言われているスパッタ製膜法 (SP) を高分子有機 EL 素子製造プロセスにも適用すべく、プラズマ対策としてキャリア密度の低減を主眼に置き、本プロジェクトにおいては、平行平板の改良タイプと従来タイプの対向ターゲット方式を改良した構造の新型カソードの 2 方式について開発を行った。(新型カソード方式は特許出願中：特願 2006-057504)

改良型の新型カソードターゲットについては、ボトムエミッション用の陰極 A1 向けの用途として開発を進めた。その結果、従来型と改良型のキャリア密度を比較すると、改良型は従来型よりも約 1 桁下げる事が出来た。その結果を図 III.2-2-1-③-3 に示す。そこで本方式を有機 EL 素子用の陰極製膜に適用し評価を行った。その時の輝度-電圧特性結果を図 III.2-2-1-③-4 に示す。新型カソード法では有機 EL 素子の発光開始電圧が 2 V 以上高電圧側にシフトしている事がわかる。



Ni:正付ン Ne:電子

図 III.2-2-1-3-3. キャリア密度の製膜パワー依存性

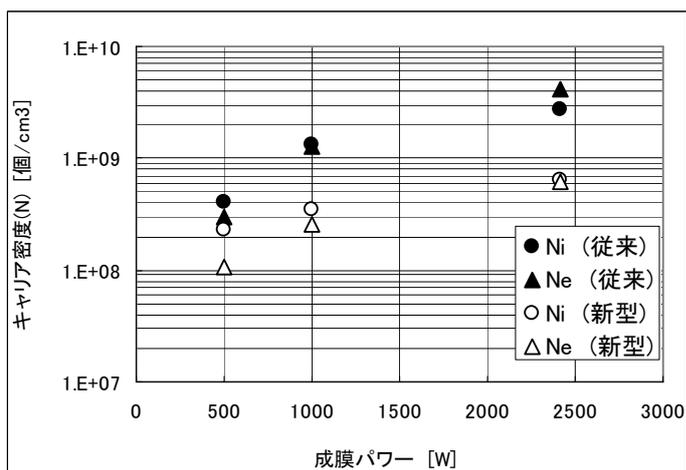


図 III.2-2-1-3-4 新型カソード法による輝度 - 電圧特性

上記結果は従来我々がEB法で経験した有機EL素子ダメージとは様相が異なっており、これはスパッタ製膜法特有の現象であるかどうかについて検証する事を試みた。

そこで陰極と発光層の界面に着目し、RE法での電子注入層であるLiFの有無とSP法で作製した高分子有機EL素子の電圧 - 輝度特性を比較した結果を図 III.2-2-1-3-5 に示す。この結果、SP法とLiF無のRE法で作製した高分子有機EL素子のV-L特性が酷似している事がわかる。

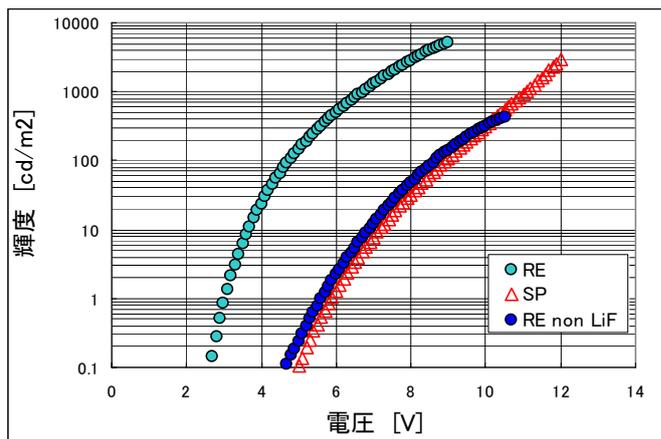


図 III.2-2-1-③-5. LiF 有無と SP の電圧 - 輝度特性比較

この結果を踏まえ、今後スパッタ法を有機EL素子製膜に適用する為には、有機EL素子に与える影響に関する真の原因究明を最優先課題として取り組んでゆく必要があると考えている。更に高分子有機EL素子の実用化において、今後TF Tアクティブ駆動基板を用いた高分子有機EL素子製造の可能性が非常に高くなると考えられる。この時に発生する可能性のある製造上の問題点を事前に解決しておく事は非常に重要である。現在実用化に際し、陰極金属製膜時のTF T基板へのX線の影響も大きな懸念材料の一つである。そこで、17年度春の加速財源によりX線を発生させない新規蒸着源を開発する事にした。

その結果、X線を全く発生させず(図 III.2-2-1-③-6 参照)、高分子有機EL素子に対しても全くダメージを与えない新規蒸着源を開発し、アルカリ金属製膜に適用した有機EL素子を試作しダメージレス製膜が可能である事を検証した。この時の高分子有機EL素子の輝度-電圧特性を図 III.2-2-1-③-7 に示した。

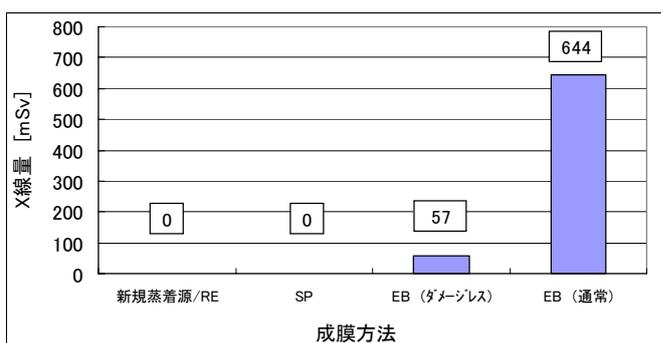


図 III.2-2-1-③-6. 各種製膜法とX線発生量の比較

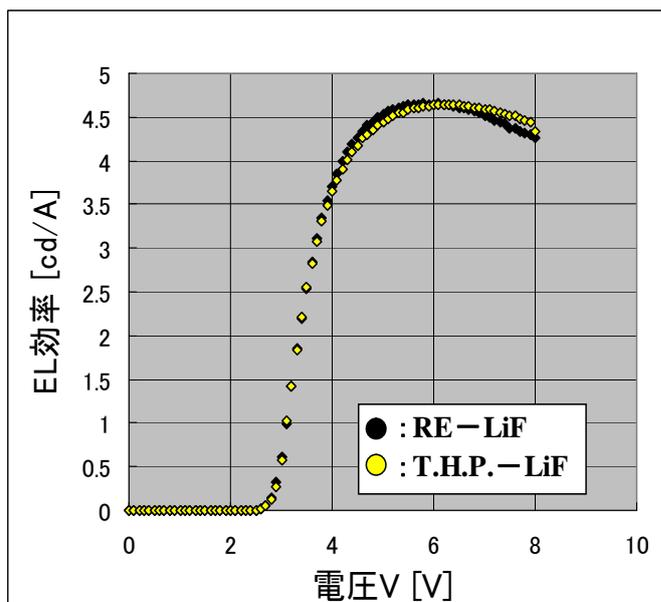


図 III.2-2-1-③-7. 新規蒸着源による高分子有機 EL 素子特性

この新規蒸着源は、大容量のるつぼを用い、従来のヒータ加熱方式を改良したものであり、原理的には高周波誘導加熱方式を応用した技術である。そこでトッキが独自技術を導入する事によりこの方式の欠点を克服し、有機 EL 素子用金属材料蒸着源としての適用を可能にした。³⁾

金属材料蒸着源として抵抗加熱方式を適用する場合、この方式ではボートを大型化し金属電極材料を多くすると電流の制御が極めて困難となり、一度に大量の材料を安定して蒸着する事は難しいため基板の大型化には不向きである。しかし、今回開発した高周波誘導加熱方式では、100cc 程度の大容量の金属坩堝を直接加熱するため一度に大量の蒸着材料を蒸着する事が可能になり、しかもるつぼ形状を工夫することで突沸の無い安定した蒸着が可能となり基板の大型化と量産製造化には非常に有利である。本プロジェクトでは、新規蒸着源をアルカリ金属用蒸着源に適用する事を主眼において開発を進めた。又、A1 用の高分子有機 EL 素子陰極材料用の金属蒸着源としては、ダメージ対策機構付電子ビーム製膜法 (EB) が有効である事を実証した (図 III.2-2-1-③-1, 図 III.2-2-1-③-2 参照)。ところが、EB 法は高分子有機 EL 素子に対してダメージレスではあるが、X 線を完全には抑える事が出来ないという課題を抱えている。しかし新規蒸着源であれば X 線が検出されないことが確認された (図 III.2-2-1-③-6 参照)。更に、A1 自体も高周波誘導コイルから生じる磁束により直接誘導加熱されるため、大量の材料を長時間にわたり安定的に蒸着する事が可能になる。従って、陰極材料 A1 の製膜の選択に際しては、X 線の有無の影響を考慮した上で、EB 法もしくは新規蒸着源の何れにするかを選択する必要がある。

本プロジェクトにおいて、ダメージレス製膜方式としてダメージ対策機構付電子ビーム製膜法 (EB) と T F T 用新規蒸着源を用いた製膜法の 2 方式について開発する事が出来た。

スパッタ方式については、高分子有機 EL 素子用製膜装置用として開発推進する際の課題の抽出と方向性を明確にする事が出来た。つまり、スパッタ方式が本質的に高分子有機 EL 素子用製膜装置として使用できないのではなく、図 III.2-2-1-③-6 でわかるように X 線は全く検出されない利点もあり、複合技術の採用により実用化の可能性が残されていると考えている。下表に各種陰極製膜法に関する特徴比較を示す。

表 III.2-2-1-③-1 各種陰極製膜法の比較

項目 製膜法	現状の陰極製膜 への適応性	素子ダメージ対策			蒸着材料の供給	基板の大型化	
		X線	プラズマ	その他		第4世代 (70×90cm□)	第5世代以降 (100cm□以上)
抵抗加熱製膜法	○	○	○	－	△ 少容量多連式	△	△
電子ビーム蒸着法 (ダメージ対策機能付)	○	△	○	－	○ 自動供給	△	△
新規蒸着源 (トッキ開発品)	○	○	○	－	○ 大容量多連式	△	△
スパッタ法	△ 製膜レートが低い	○	△	要因の把握 対策実施	ターゲット交換	○	○

上表 III.2-2-1-③-1 に示した通り、当面の開発はスパッタ製膜の高分子有機EL素子特性変化に及ぼす影響の原因究明が最重点課題と考え開発を進めてゆく予定である。

平行平板の改良タイプにおいては、トップエミッション用陰極ITO向けの用途として、低抵抗ITO膜の確保と高分子有機EL素子ダメージの抑制を主眼に開発をおこなった。特に、ターゲット磁場を約4倍にする事により、ターゲット電圧が約30%下がり、抵抗率が約5分の1になる事が確認できた。^{1) 2)} 但し、目標製膜レートとしては、約半分程度であった。ターゲット磁場 - ターゲット電圧/電流の関係を図 III.2-2-1-③-8、ターゲット磁場と抵抗率の関係を図 III.2-2-1-③-9 に示す。また、この製膜条件を利用し、トップエミッション構造の高分子有機EL素子を試作し愛知万博のNEDO館前で展示した。非点灯時の高分子有機EL素子を図 III.2-2-1-③-10 に点灯時の高分子有機EL素子を図 III.2-2-1-③-11 に示した。

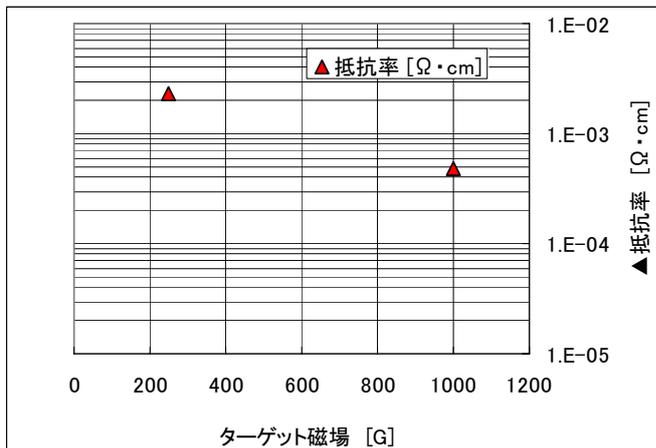


図 III.2-2-1-③-8. ターゲット磁場 - ターゲット電圧/電流の関係

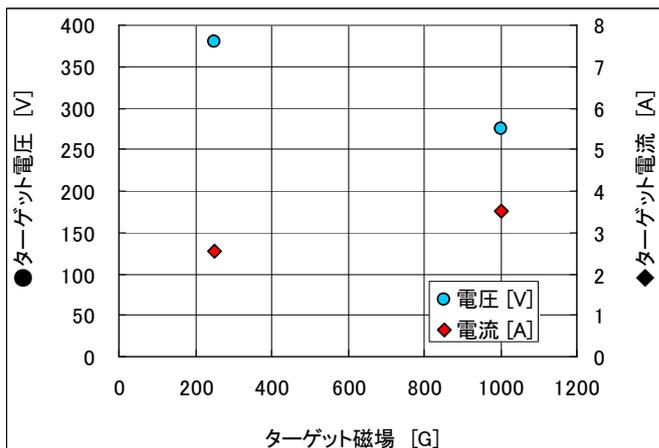


図 III. 2-2-1-③-9 ターゲット磁場と抵抗率の関係



図 III. 2-2-1-③-10
非点灯時の高分子有機EL素子パネル

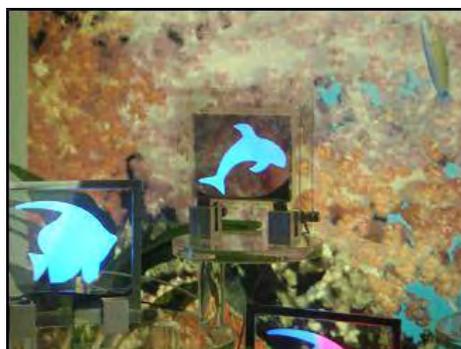


図 III. 2-2-1-③-11
点灯時の高分子有機EL素子パネル

ロ. ダメージ対策機構 (対向型スパッタ : 図 III. 2-2-1-③-12 参照)

トップエミッション型の高分子有機ディスプレイには透明電極(陰極)を成膜する必要がある。通常、透明電極にはITOが用いられ、スパッタ法、電子ビーム蒸着法等で成膜される。しかしながら、これらの成膜法を用いた場合、高分子有機EL素子の発光輝度の低下、スペクトルの変化などダメージが与えられることが予測される。これは、成膜中に発生するプラズマや加速電子、X(紫外)線が有機物である高分子膜(発光層)に作用して影響を与えられているものと考えられている。ダメージを低減するためには、高分子膜と透明電極の間にダメージを防ぐブロッキング層を導入するか、ダメージを極力押えた成膜方法、あるいは成膜条件を用いる必要がある。

そこで、発光層に対してITOスパッタでどのようなダメージが生じるのか、スパッタパワーの依存性を調べた。同時にITOの基礎特性(透過率、シート抵抗、仕事関数)のパワー依存性を調べるために以下の実験をおこなった。

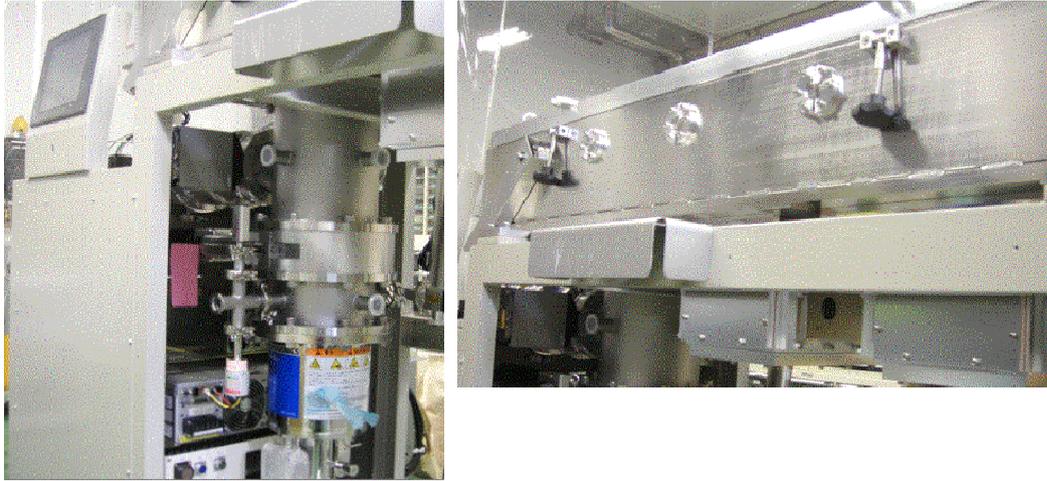


図 III.2-2-1-③-12. 対向型スパッタ装置（外観）

i) 実験条件

EL 素子構造：ITO/PEDOT/インターレイヤー材料/高分子発光材料/cathode

PL 測定素子：ガラス/高分子発光材料

高分子発光材料としては、青色、緑色、赤色の各色の高分子発光材料を使用した。

スピコート塗布条件は、青色（1600rpm）、緑色（2000rpm）、赤色（2000rpm）。

濃度 1.2w%の高分子発光材料のトルエン溶液を用いた。

<スパッタ条件>

プロセス圧力：0.29Pa、Ar：42.5sccm、O₂：0.25sccm、目標膜厚：2000Å

図 III.2-2-1-③-2. スパッタ条件

	スパッタパワー
A	250W
B	500W
C	750W

<作製素子>

作製した素子の構造、用いた材料、スパッタ成膜時のパワーは以下のとおりである。

表 III. 2-2-1-③-3. スパッタ条件と素子構造、材料

スパッタパワー: 250W

EL	素子構造	Polymer
A-1	Polymer/ITO	青色
A-2	Polymer/LiF/ITO	
A-3	Polymer/LiF	
A-4	Polymer/LiF/ITO	
PL		
A-6	ガラス/Polymer	青色
A-7	ガラス/Polymer	赤色
A-8	ガラス/Polymer	緑色

スパッタパワー: 500W

EL	素子構造	Polymer
B-1	Polymer/ITO	青色
B-2	Polymer/LiF/ITO	
B-3	Polymer/LiF	
B-4	Polymer/LiF/ITO	
PL		
B-6	ガラス/Polymer	青色
B-7	ガラス/Polymer	赤色
B-8	ガラス/Polymer	緑色

スパッタパワー: 750W

EL	素子構造	Polymer
C-1	Polymer/ITO	青色
C-2	Polymer/LiF/ITO	
C-3	Polymer/LiF	
C-4	Polymer/LiF/ITO	
PL		
C-6	ガラス/Polymer	青色
C-7	ガラス/Polymer	赤色
C-8	ガラス/Polymer	緑色

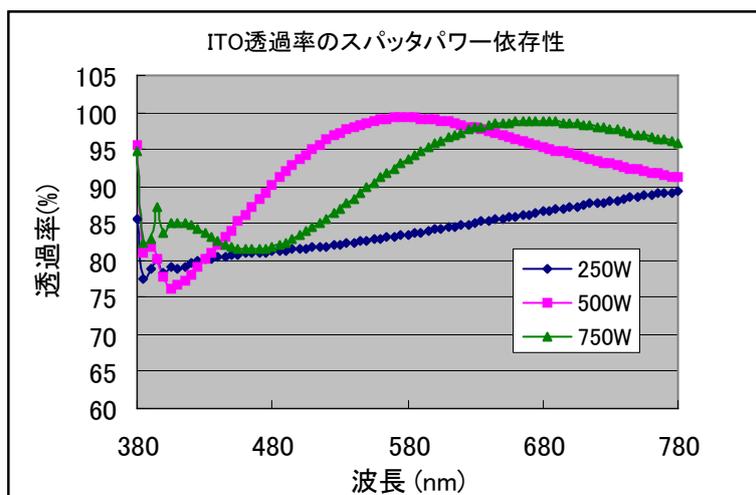
<結果>

ITO の特性は、次の図 III.2-2-1-③-13 の通りであった。

パワーが異なると、光学的な性質のほか、電気的な性質、および仕事関数も異なる。従って、これらのパラメータを考慮して、適宜条件を選択することが必要である。

PL特性は、図 III.2-2-1-③-14 の通り、使用する発光材料によっても影響度合いは異なるものの、いずれもスペクトル形状および強度に対し、何らかの影響を受けることが分かった。

ただ、ダメージ対策機構付きのスパッタ装置を用いた場合に、スパッタによる影響を少なくすることができる可能性は確認でき、ダメージ対策が有効であることが示された。



	表面抵抗 (Ω/\square)	透過率 (%)		
		450nm	550nm	650nm
ITO-A	2.44×10^2	81	83	85
ITO-B	4.90×10^1	82	97	95
ITO-C	3.54×10^1	82	90	97

	A-ITO	B-ITO	C-ITO
仕事関数 (eV)	5.09	4.87	4.38
Slope	8.2	7.8	11.8

図 III.2-2-1-③-13. ダメージ対策機構 (対向型スパッタ) 装置を用いて製膜される ITO の特性。

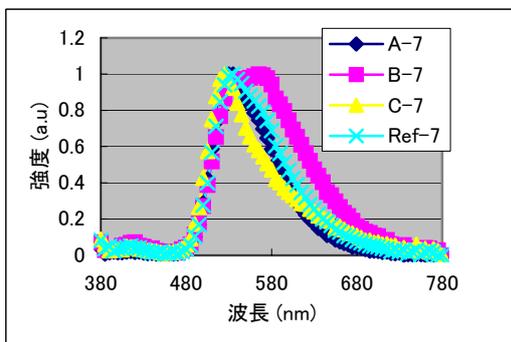
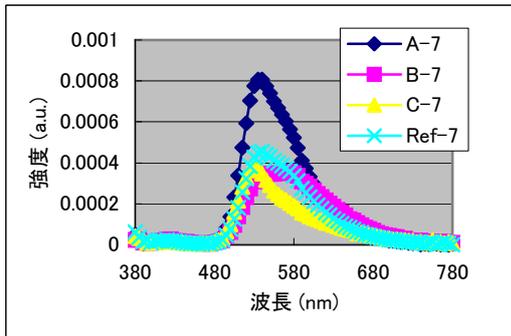
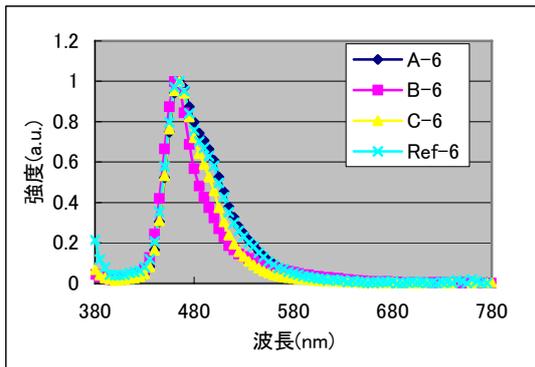
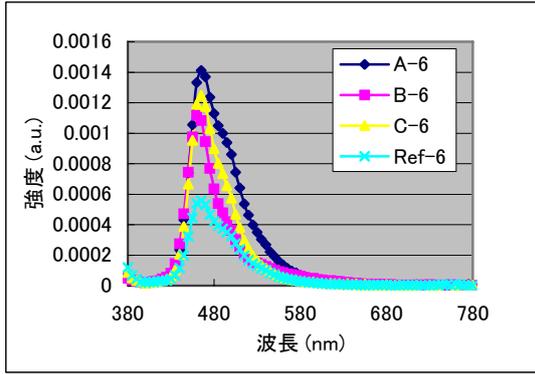


図 III.2-2-1-③-14. ダメージ対策機構（対向型スパッタ）で製膜した場合の高分子発光材料のスペクトル変化

④マスクレス加工技術開発

マスクレス加工技術は基板の大型化にとって非常に有効な技術であり、トッキとしては本テーマを最適成型加工技術開発の最重点テーマの一つとしてとらえ開発を行った。

平成15年度においては、高繰り返し Nd:YAG レーザーの高調波による加工を最初に試みた。この種のレーザーは汎用で信頼性が高く、出力もある程度得られ、且つ価格も比較的安価であるので、実用化に際しては有利であると考えたからである。

その結果、有機EL素子の微細パターンニングは可能であるが、金属電極層だけの選択的加工は困難で、下部の有機層あるいは透明電極層であるITOにまで加工が及んだり、熱影響が側方に大きく及んだりしているなどの問題が多い事が明らかになった。

そこで、平成16年度のマスクレス加工技術開発においては、有機膜上の金属電極の選択微細加工を各種レーザーパターンニング手法を用いて比較検討し、最適加工法についての絞込みを行う事を目標に開発を進めた。

カソード金属加工用として検討した主なレーザー光源を表 III.2-2-1-④-1 に示した。

表 III.2-2-1-④-1. カソード金属加工用レーザー光源

	レーザー種	波長	パルス幅	繰り返し周波数
1	YAG	1064 nm	7 ns	1.1 KHz
2	YAG	532 nm(第2高調波)	20 ns	5 KHz
3	エキシマ	248 nm	20 ns	5 KHz
4	チタンファイア	775 nm	150 fs	1 KHz
5	エルビウム系ファイバー	1560nm	930 fs	195 KHz

表 III.2-2-1-④-1 にある2のYAGレーザーの532nm(第2高調波)の波長でパルス幅が20nsの加工条件で、ガラスとITO段差上全面に製膜された有機膜上のAl(3000Å)のレーザー加工を試みた。その結果下地のITO膜に損傷を与えず、Alのみをパルス幅10μmで加工出来る事がわかった。加工エッジ部のAl加工品質の向上は今後の課題である。

図 III.2-2-1-④-1 は有機EL素子サンプルのカソードAl(1500Å)を表 III.2-2-1-④-1 の4のチタンファイアレーザー(パルス幅が150fs)によりパルス幅約10μmで加工したサンプルに電圧を印加したものである。ここで、ブルーに見えるのは実際の有機EL発光部である。茶色に見えるのはレーザー加工部である。その周辺の黒く見えるのは有機ELの非発光部である。

図 III.2-2-1-④-2 はフェムト秒レーザーで有機EL素子のカソードアルミニウムをパルス幅約10μmで溝加工し、この有機EL素子サンプルを大気環境下で放置し、ある経過時間毎に発光させ、非発光部(縦軸:片側ダークエリア寸法)の幅が時間の経過(横軸:レーザー照射後の経過時間の平方根)とともにどのように変化したかを示したグラフである。

片側ダークエリア寸法(Y)がレーザー照射後の経過時間の平方根(X)に比例し、且つ、加工エネルギーが1μJ/pulse, 2J/pulseの何れの場合においても、その傾き及びY切片がほぼ同じであった事から、ダークエリア寸法の拡大はレーザー起因ではなく大気中の水分もしくは酸素の拡散による

ものであると考えている。又この時のY切片が、レーザー加工時のレーザー起因によるダークエリアと考えている。

以上の結果から、波長が 532nm（第2高調波）であるYAGレーザーの（パルス幅 20ns）、波長が 775nm であるチタンサファイアフェムト秒レーザー（パルス幅 150 fs）と更にレーザー光源として非常に安定な光源が得られる波長が 1560nm であるエルビウム系ファイバーフェムト秒レーザー（パルス幅 950 fs）を含め3種類のレーザーを、平成17年度導入予定のレーザーシステムの候補として絞り込んだ。

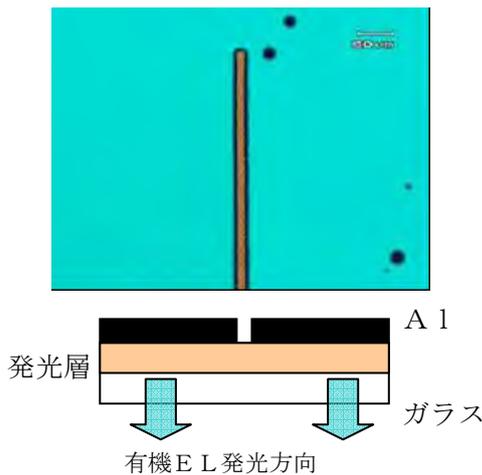


図 III.2-2-1-④-1 フェムト秒レーザー加工後のEL発光写真

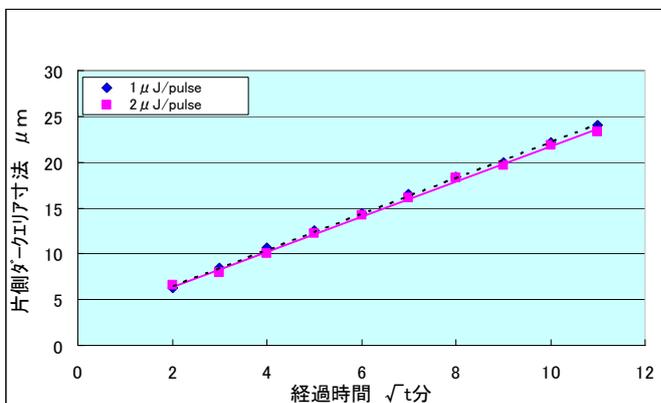


図 III.2-2-1-④-2 レーザー加工後の初期ダークエリアの経時変化

平成17年度においては、平成16年度の調査結果を踏まえ詳細に検討を重ねた結果カソード金属配線パターン加工用実験装置としてフェムト秒ファイバーレーザー加工装置を導入する事を決定した。そして実際に有機EL素子製造プロセスに適用できる事を実証した。本加工装置の概要仕様及び外観図を図III.2-2-1-④-3に示す。

- ・レーザー種 : エルビウム系
- ・波長 : 1560nm
- ・パルス幅 : 930fs
- ・繰り返し周波数 : 195KHz

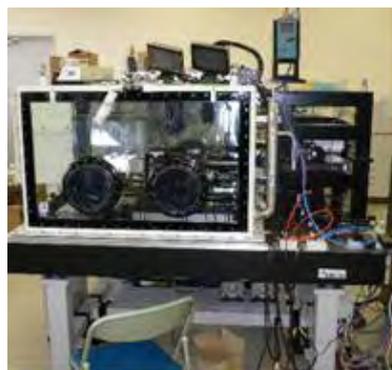


図 III.2-2-1-④-3. フェムト秒レーザー加工装置

レーザー加工法において、図 III.2-2-1-④-4 のSEM写真で示したように有機層及びITO層を残してAlのみを $3\mu\text{m}$ の間隙で加工できること確認した。次に、有機EL素子カソード陰極配線パターン形成に本レーザー加工技術を応用し、高分子有機EL素子製造プロセスに適用できる事を実証した。レーザー法で作成した素子の点灯表示写真を図 III.2-2-1-④-5 示す。

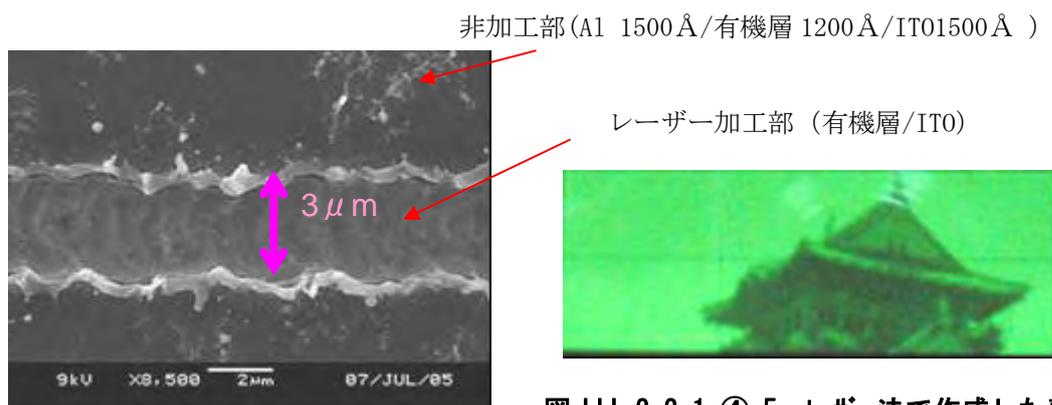


図 III.2-2-1-④-5. レザー法で作成した素子

図 III.2-2-1-④-4 レザー加工部SEM写真

本プロジェクトにおいて、レーザー加工法がドライプロセスにおける金属配線の微細パターン形成法として非常に有効であるという事を実証できた。又、100V電源のみで加工ができるフェムト秒レーザー装置のデバイス加工への応用は、地球温暖化対策の一環としても極めて有効な手段であると確信している。従って、今後は下地との選択比の向上、加工速度の向上、加工エッジ形状の改善等を図る事により、より汎用性の高いデバイス加工装置に仕上げていきたい。

2-2-2 プロセスインテグレーションシステムの設計

大型基板用高分子有機EL製造プロセスのインテグレーションシステムの提案

本年度は先ずプロセスインテグレーション化のために住友化学と共同で20cm角基板を用いての高分子有機EL素子の試作を行い、本プロジェクトで各々開発したプロセス技術の有効性を確認した。試作した素子は下記の通りである。

① インクジェット法による発光層製膜と低ダメージスパッタによる陰極製膜の連結試作評価

住友化学で開発したインクジェット法を用いて塗布した発光層基板をトッキに輸送し、トッキで開発した低ダメージ・スパッタ法でITO陰極成膜を行い、その後ガラス封止を行った。この素子を作製する過程および評価結果から以下の知見が得られた。

- i) 陰極の膜構成
- ii) トップエミッション用ITO膜の成膜条件
- iii) 封止品質の向上の必要性

また、この高分子有機EL素子は愛知万博やFPDインターナショナルに出展することができた。(図 III.2-2-1-③-10, 図 III.2-2-1-③-11 参照)

② インクジェット法による発光層製膜と低ダメージEBによる陰極製膜とレーザーによる陰極配線形成の連結試作評価

住友化学で開発したインクジェットプロセスを用い高分子発光材料を塗布した基板をトッキに輸送し、トッキで開発したダメージレスEB成膜法にて陰極を形成し、更にトッキで開発したマスクレス・レーザーパターニング法により陰極の配線加工を行った。その後住友化学に輸送して封止を行い、発光評価を行った。住友化学ではガラス封止の他、開発した膜封止プロセスを用い、その有効性を評価した。この素子の作製および評価結果から下記の知見が得られた。

- i) 輸送時の素子劣化の有無
- ii) レーザーパターニング法の有効性
- iii) ダメージレスEB法の有効性
- iv) 膜封止の有効性

以上の通り両社間での高分子有機EL素子作製を通して、20cm角基板サイズでの各個別プロセスをインテグレーションすることにより、各々のプロセスの実証評価を行った。

③ 大型基板用の高分子有機EL量産製造装置の構想設計

上記知見を生かし、トッキにおいて大型基板（70×90cm角）用の高分子有機EL量産製造装置の構想設計を行った。特に本プロジェクトにおいても我々は高分子有機EL装置の構成の中でトッキが担うべき陰極形成装置の技術開発を主に実施してきており、その開発技術を中心に装置構成を考えた。

大型基板用の量産製造装置の課題としては、駆動方式つまりパッシブマトリクス型の素子とアクティブマトリクス型の素子で製造プロセスが異なるため、各々について装置構成を考える必要があり、下記の如く検討を実施した。

イ. パッシブマトリクス型素子

パッシブマトリクス型素子では陰極配線をパターンニングしなければならない。現状陰極のパターンニング方法としては以下の2つが挙げられる。

- ・ 高精細マスクによるパターンニング法
- ・ 陰極隔壁を用いたパターンニング法

高精細マスクにはその製造限界があること、フェースダウンの蒸着法においては基板とマスクの密着性に問題がある、などの理由により大型基板化は困難である。また、陰極隔壁はフォトリソグラフィ法により形成されるが環境負荷が大きい問題がある。これらが大型基板化のネックになっているが、我々は今回のプロジェクトにおいてこれらを鑑み④の項で述べたようなマスクレス・レーザーパターンニング技術を提唱し開発した。この方法を用いた効果を以下に示す。

- i) 高精細マスクを使用しないため、ランニングコストとして高精細マスクの費用の削減、イニシャルコストとして高精細アライメント機構の除外、素子構造によって完全マスクレス化ができれば、マスク・ストック・チャンバーを除外できる。
- ii) 完全ドライプロセスにより、環境負荷が小さい。
- iii) レーザー装置は小電力機で良く省エネに貢献できる。
- iv) タクトタイムは光学系を増設するだけで容易に小さくすることができる。
- v) 基板の大きさにもレーザー光学系を変更するだけで容易に対応できる。

前処理、インクジェット製膜、乾燥・ベーク炉、陰極製膜、缶封止を連結した高分子有機EL量産製造装置システムは現在提案されている。本プロジェクトにおいてはシステムを拡張し、大型基板に対応した装置を視野に入れて開発したマスクレス・レーザーパターンニング手法を、新たに、インテグレーションシステムに組み込む事が出来た。

ロ. アクティブマトリクス型素子

アクティブマトリクス型の素子は素子全体に陰極膜がカバーされていれば良いため、高精細なパタ

ーニングを必要としない。従って、今回開発したマスクレスパターニング技術が適用される領域は限定される。一方しかし、アクティブマトリクス型の素子は、成膜時のX線や2次電子などの高エネルギー粒子によりTFT基板自身がダメージを受ける可能性が指摘されている。これに対し、今回我々は③イ.の項で述べたとおり高エネルギー粒子の発生の無い蒸発源を開発した。この蒸発源はレート安定性と膜厚制御性に優れたポイント・ソースを採用している。大型基板の量産製造装置としては基板を回転させる方法と、基板を搬送させながら成膜する方法があるが、70×90cm角基板やそれ以上のサイズでは、生産性などを考慮し後者の搬送成膜方式を提案する。この場合、ポイント・ソースを多点配列し、同時蒸着することで実現する。一例として100cm幅の基板では3つのソースを用い、膜厚分布±10%以下を実現できる。蒸発源の材料充填量は1週間連続稼動を想定しており、アルカリ金属の場合は50～100cc程度のるつぼを用いる。またアルミニウムや銀などの金属の場合はワイヤー材を供給する機構を用いる。この陰極形成法として搬送成膜方式を採用したとしても、インクジェット塗布装置などの前工程と封止工程の後工程との連結を考えれば、クラスタータイプの装置構成が最善と考える(図III.2-2-2-③-1)。但し、住友化学で開発した膜封止プロセスによっては、陰極形成装置と膜封止装置を搬送成膜方式としてインライン構成化が可能と考える。

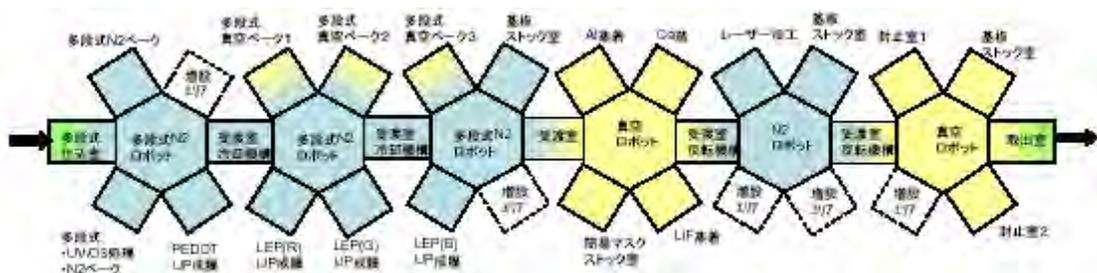


図 III.2-2-2-③-1 高分子有機EL一貫製造ライン (代表例) 4)

(引用文献)

- 1) 特許 第 2136413 号 アルバック
- 2) 特許 第 2936276 号 アルバック
- 3) 特開 2005-38646 トッキ
- 4) 特開 2004-342455 トッキ

2-3 成果

本プロジェクトの成果（外部発表など）を、表 III. 2-3-1 にまとめた。

表 III. 2-3-1. 本プロジェクトの成果－外部発表

	論文	口頭発表	特許		新聞など	サンプル展示
			国内	海外		
①高分子発光材料創製技術の開発(住友化学)	2	8	63	14	2	2
②製造プロセスでの最適成形加工技術の開発(トッキ)	0	3*	10	1	0	6
合計	2	11	73	15	2	6**

*発表予定を含む

**①と②の重複を含む

2-3-1 研究発表・講演（口頭発表も含む）

① 高性能高分子発光材料創製技術の開発(住友化学)：10件

表 III. 2-3-1-①-1

発表年月日	発表媒体	発表タイトル	発表者
2003.6.26	フォトポリマーコンファレンス	Development of Novel Blue light-emitting Polymers for PLED	土居秀二
同上	J. of Photopolymer Science and Technology, 2003, 16, 303	Development of Novel Blue light-emitting Polymers for PLED	土居秀二 他
2003.7.9	JEITA 講演会	高分子 LED	土居秀二
2003.12.03	The 10 th International Display Workshop	Recent Progress of new light-emitting polymers	土居秀二 他
2004.1.27	第1回有機 EL 研究会講演会	高分子有機 EL の開発状況	土居秀二
2004.2.27	新化学発展協会講演会	高分子有機 EL の開発状況	土居秀二
2004.8.3	SPIE – The International Society for	Novel Blue light-emitting	土居秀二 他

	Optical Engineering 49 th annual meeting	Polymers for PLED (Invited)	
同上	Proceedings of SPIE Vol.5519, 161-172, 2004.	Novel Blue light-emitting Polymers for PLED	土居秀二 他
2004.10.22	第57回有機デバイス研究会	高分子有機EL材料の 開発動向と展望	山田武
2005.09.27	3rd European Conference on Organic Electronics and Related Phenomena	Development of novel semiconducting polymers for polymer electronics	山田武

②有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発(トッキ):3件(発表予定を含む)

表 III.2-3-1-①-2

発表年月日	発表媒体	発表タイトル	発表者
2005.10.4	Plastic Electronics 2005	Mass Production System of OLED	松本栄一
2006.3.15- 17	精密工学会 2006年春季大会	フェムト秒レーザーによる積層薄膜試料の選択的 加工の試みと加工プロセスの時間分解観察	足立努 (長岡技大) 他
2006.5.15- 19(予定)	第4回レーザー先端材料加工国際会議(LAMP2006)	Selective patterning of thin metal electrode of multi-layered OLED by ultra-short laser pulses	伊藤義郎(長岡技大) 他

2-3-2 特許等

①高性能高分子発光材料創製技術の開発（住友化学）：国内63件、海外14件

②有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発（トッキ）：国内10件、海外1件

（出願済特許等リスト）

表 III. 2-3-2-1 特許出願リスト住友化学(国内)

出願日	受付番号	出願に係る特許等の標題	出願人
2003.07.18	特願 2003-199023	共重合体およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2003.07.31	特願 2003-204494	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2003.08.27	特願 2003-208991	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2003.11.21	特願 2003-391942	高分子化合物、その製造方法および高分子発光素子	住友化学
2003.12.25	特願 2003-429506	高分子化合物の製造方法	住友化学
2004.01.21	特願 2004-12918	共重合体およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2004.01.21	特願 2004-12919	共重合体およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2004.01.21	特願 2004-12920	重合体およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2004.02.26	特願 2004-51173	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2004.03.09	特願 2004-65218	フラン化合物の製造方法	住友化学
2004.03.31	特願 2004-104335	高分子発光組成物	住友化学
2004.03.31	特願 2004-98502	パターンニング基板とその製造方法	住友化学
2004.03.31	特願 2004-94585	重合体および高分子発光素子	住友化学
2004.04.26	特願 2004-129504	高分子発光体組成物	住友化学
2004.04.30	特願 2004-135499	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2004.05.12	特願 2004-142064	高分子発光体組成物	住友化学
2004.06.30	特願 2004-223441	有機エレクトロルミネッセンス素子	住友化学
2004.07.28	特願 2004-220013	高分子化合物およびそれを用いた高	住友化学

		分子発光素子	
2004.09.10	特願 2004-264060	共重合体およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2004.10.29	特願 2004-315434	高分子材料及びそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2004.10.05	特願 2004-292337	芳香族化合物	住友化学
2004.10.05	特願 2004-292680	高分子組成物および高分子発光素子	住友化学
2004.10.15	特願 2004-301416	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2004.10.15	特願 2004-301417	溶液組成物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2004.11.05	特願 2004-321803	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2004.11.16	特願 2004-331704	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2004.11.19	特願 2004-335575	高分子発光体組成物	住友化学
2004.11.24	特願 2004-338628	共重合体、高分子組成物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2004.11.24	特願 2004-338631	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2004.12.10	特願 2004-358382	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2004.12.24	特願 2004-373146	高分子化合物の製法	住友化学
2004.12.24	特願 2004-373147	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2004.12.28	特願 2004-378517	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.01.21	特願 2005-13728	重合体およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.01.28	特願 2005-20962	有機エレクトロルミネッセンス素子	住友化学
2005.02.18	特願 2005-42464	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.02.25	特願 2005-50665	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.03.04	特願 2005-60402	高分子化合物及びそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.04.17	特願 2005-126116	高分子発光体組成物	住友化学

2005.05.17	特願 2005-143820	有機エレクトロルミネッセンス用高分子組成物	住友化学
2005.05.20	特願 2005-148204	高沸点組成物及びそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.05.20	特願 2005-148205	芳香族エーテル化合物含有組成物及びそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.04.28	特願 2005-131383	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.06.01	特願 2005-161036	高分子組成物および高分子発光素子	住友化学
2005.06.03	特願 2005-163781	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.12.2	特願 2005-348963	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.08.12	特願 2005-234318	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.09.20	特願 2005-271554	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.10.07	特願 2005-294747	フルオレン重合体およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.10.07	特願 2005-294748	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.10.07	特願 2005-294749	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.10.07	特願 2005-294553	高分子化合物とそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.10.14	特願 2005-299845	溶液組成物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.09.29	特願 2005-283567	高分子材料及び高分子発光素子	住友化学 大坂教育大
2005.11.11	特願 2005-327440	有機エレクトロルミネッセンス素子	住友化学
2005.11.11	特願 2005-327162	共役高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.11.16	特願 2005-331801	高分子化合物及び高分子発光素子	住友化学 東京工業大
2005.11.18	特願 2005-333759	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.11.30	特願 2005-346403	白色有機エレクトロルミネッセンス	住友化学

		素子	
2005.12.01	特願 2005-347645	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.12.26	特願 2005-371744	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2006.1.16	特願 2006-007046	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.12.28	特願 2005-377034	ブロック共重合体	住友化学

表 III. 2-3-2-2 特許出願リスト住友化学(海外)

出願日	出願国	出願に係る特許等の標題	出願人
2003.08.28	米、欧、台、韓、シ	Polymer compound and polymer light-emitting device using the same.	住友化学
2003.07.01	PCT	共重合体およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2004.03.08	PCT	フラン化合物の製造方法	住友化学
2004.05.01	PCT	高分子発光体組成物	住友化学
2004.07.27	PCT	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2004.10.05	PCT	芳香族化合物	住友化学
2005.01.31	PCT	有機エレクトロルミネッセンス素子	住友化学
2004.12.08	PCT、台	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.01.18	PCT、台	重合体およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.02.25	PCT、台	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2004.11.26	PCT	共重合体、高分子組成物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.08.23	PCT	高分子発光体組成物	住友化学
2005.10.13	PCT	溶液組成物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学
2005.12.21	PCT	高分子化合物およびそれを用いた高分子発光素子	住友化学

出願国：米＝アメリカ(US)、欧＝ヨーロッパ(EPC)、台＝台湾、韓＝韓国、シ＝シンガポール

表 III. 2-3-2-3. 特許出願リスト：トッキ(国内)

出願日	受付番号	出願に係る特許等の標題	出願人
2003. 5. 15 (審査請求完)	特開2004-342455 (特許庁審査中)	フラットパネルディスプレイ製造装置	トッキ
2004. 2. 17	特願2004-039999	蒸着装置	トッキ
2004. 7. 28	特願2004-220477 ※ 1	有機EL素子の製造装置並びに有機EL素子	トッキ
2004. 11. 30	特願2004-346970 (※ 1 の優先特許)	有機EL素子の製造装置並びに有機EL素子	トッキ
2004. 12. 1	特願2004-346971 ※ 2	有機EL素子の製造装置並びに有機EL素子	トッキ
2004. 12. 16	特願2004-364900 (※ 2 の優先特許)	有機EL素子の製造装置並びに有機EL素子	トッキ
2005. 8. 25	特開2005-243771	有機ELディスプレイ製造方法	トッキ
2005. 12. 8	特願2005-355360	有機EL素子の配線パターンの形成方法及び有機EL素子の形成装置	トッキ
2005. 11. 22	特願2005-335615	有機EL素子の製造方法	トッキ
2006. 3. 3	特願2006-057504	対向ターゲット式スパッタリング装置	トッキ

表 III. 2-3-2-4. 特許出願リスト：トッキ(海外)

出願日	出願国	出願に係る特許等の標題	出願人
2004. 05. 13	韓国	フラットパネルディスプレイ製造装置	トッキ

2-3-3 その他特記事項

①成果普及の努力（プレス発表等）：6件

表 III. 2-3-3-1 外部発表リスト（住友化学、トッキ）

日付	発表媒体	発表タイトル	発表者
2003.06.24	プレスリリース 日刊工業新聞、日本工業新聞、朝日新聞、日本経済新聞、化学工業日報など(2003.06.25日付)	高分子LED用青色発光材料を開発、輝度半減寿命1万時間に目処	住友化学
2005.05.12-22	愛知万博イベント光未来展への出展	高分子有機ELのデモ素子の展示	住友化学 トッキ
2005.09.09-25	愛知万博NEDOパビリオンへの出展	高分子有機ELのデモ素子の展示	住友化学 トッキ
2004.12	高分子学会編集 (共立出版)	高分子EL材料－光る高分子の開発－	大西敏博他著 (住友化学)
2005.10.19-21	F P D International 2005) (パシフィコ横浜)	高分子有機ELのデモ素子の展示	トッキ
2006.4.19-21	ファインテック2006 (東京ビッグサイト)	高分子有機ELのデモ素子の展示	トッキ



図 III. 2-3-1-1. 愛知万博イベント光未来展への出展



図 III. 2-3-1-2. 愛知万博NEDOパビリオンへの出展

2-3-4 大学との共同研究

学際的にも深耕した検討を共同実施するために、本分野に関連する大学等の研究者と共同開発契約を締結し、検討を行った。

表 III. 2-3-4-1. 大学との共同研究

<住友化学>

共同研究先 期間	内容	成果	備考
東京工業大学 山本教授 (2003-2005)	新規炭化水素系および ヘテロ芳香族系新規材 料の開発	新規高分子発光材料の 設計と合成。新規発光 材料の供試と住友化学 での評価。新規材料設 計へのフィードバック	特許共 同出願 1件
筑波大学 赤木教授 (2003-2004)	新規液晶性発光材料の開発 および電荷注入材料の設計	新規高分子発光材料の 設計と合成。新規発光 材料の供試と住友化学 での評価。新規材料設 計へのフィードバック	住友化 学 トッキ
大阪教育大学 谷助教授 (2003-2005)	新規含窒素系ヘテロ芳 香族材料の開発	新規高分子発光材料並 びに電荷輸送材料設計 と合成。新規発光材料 並びに電荷輸送材料の 供試と住友化学での評 価。新規材料設計への フィードバック	特許共 同出願 1件
大阪府立大学 内藤教授 (2003-2005)	高分子有機EL層への 電荷の注入と輸送現象 の解明	高分子有機EL素子での 電荷注入・輸送機構に 関する解析と材料設計 へのフィードバック	
大阪大学 松村教授 (2003-2004) 理化学研究所 坂口副主任研	再結合機構の解明	高分子有機EL発光素子 における電荷の再結合 機構に関する解析と材 料設計へのフィードバ ック	

究員 (2004)			
名古屋大学 黒田教授 (2003-2004)	励起状態の束縛エネルギーの検討	高分子有機EL発光素子における励起状態の束縛エネルギーに関する解析と材料設計へのフィードバック	
早稲田大学 古川教授 (2003-2005)	分光学的手法を用いた劣化機構の解明	ラマン分光スペクトルやIRスペクトルを用いた高分子有機EL素子の劣化機構に関する解析とモデル化および材料設計へのフィードバック	
大阪大学 横山教授 (2004-2005)	高分子発光層と電極界面の電荷注入過程の改良、新規なパターン化技術などの検討及び双方向性素子の試作	電荷注入に関するモデルと新規電極界面材料 光照射による新規パターン化技術 双方向素子の原理確認	

<トッキ>

共同研究先 期間	内容	成果	備考
長岡技術大学	各種レーザー加工技術の有機EL素子に及ぼす影響の評価	フェムト秒レーザー加工法が有機EL素子製造に有効である事を提案した。	特許共同出願 1件

IV. 実用化、事業化の見通しについて

1. 成果の実用化可能性

1-1. 高性能高分子発光材料の実用化・事業化

①高分子有機 EL 発光材料を取り巻く状況

現在のフラットパネルディスプレイ（FPD）分野で、高分子有機ELディスプレイと競合する技術としては、液晶ディスプレイ（LCD）、プラズマディスプレイ（PDP）、低分子有機ELディスプレイ、フィールドエミッションディスプレイ（FED、SED）などが挙げられる。なお大型のFPD分野では、プロジェクションタイプのディスプレイとも競合する。

低分子有機EL素子は、使用する発光材料と製造プロセスが異なるという点を除き、ほとんどの点で高分子有機ELディスプレイと同様の長所・短所を有している。しかし、大面積の基板の利用という点では、塗布により薄膜を形成する高分子有機ELディスプレイの方が、生産性と低コスト化に有利である。

低分子有機ELディスプレイは、1997年に日本で最初に上市されたが、韓国、台湾のFPDメーカーが積極的に設備投資を進めた結果、急速に市場が拡大している。これまでは、車載用小型ディスプレイ、携帯電話サブディスプレイ、デジタル音楽プレイヤー（MP3）など、小型のモノカラーやエリアカラーの市場が中心であった。近年、Kodakのデジタルカメラ、ソニーのPDA搭載、三洋電機のビデオカメラなど、フルカラーディスプレイを搭載した機器が上市され始めている。

また、同業他社では、Merck社（旧Covion）がある。Merck社の現時点での高分子発光材料の特性の詳細は不明であるが、本プロジェクトで創製した高分子発光材料は、Merck社のものと勝るとも劣るものではないと考えており、この優位性を今後とも保っていく。

②市場動向

30インチ以上の大型のFPDをターゲットとする技術としては、前記のうち、LCD、PDP、SEDが挙げられる。LCDは中小型で主流となっているだけでなく、近年は60インチを越える大型化も可能となってきており、80インチの試作も発表されている。PDPは、厚膜塗布技術をベースとしており、当初より40インチ以上の大型FPDにおいて、優位性を有しており、最近では100インチクラスの試作も発表されている。近年のLCDの大型化により、30インチ以上の大型FPDにおいても、完全にLCDとPDPとが競合するようになってきた。

SEDは、LCDやPDPに代わる次世代のFPDとして期待されていたが、大型FPDの急速な価格低下に対抗するコストが実現できておらず、上市時期が2007年以降に延期されている。

低分子有機EL素子は、高速応答と高コントラストにより、動画表示が優れており、近年拡大している携帯型のデジタルAV機器に適していると言われている。

携帯電話の動画対応が進み、携帯型の動画表示装置も増えている上、今年から日本でも「ワンセグ」と呼ばれる携帯機器向けのデジタルテレビ放送が開始されたことにより、動画対応の小型FPD市場が、ますます急速に拡大するものと期待される。

③市場性

本プロジェクトで開発したRGBの高分子有機EL発光材料は、当初目標を達成している。この水準では、限られた範囲ではあるが、実用的な素子への適用が可能と考えられる。

フラットパネルディスプレイ市場では、ますます高性能が要求されるようになってきており、大画面テレビなどの用途には、もう一段の高性能化が必要である。

高分子有機ELは、自発光で見やすいという有機ELの特長の他に、塗布により発光層を形成することが可能であり、容易に大面積に対応できるという長所がある。従って、従来の液晶ディスプレイや低分子有機ELが用いられてきた市場を置き換える可能性が期待される。

現在の低分子有機EL素子市場は、パッシブマトリックス型が2005年ごろから本格的に立ち上がり始めているところである。将来は、大型高性能に対応が可能なアクティブマトリックス型が主流になってゆくと考えられているが、本格的に立ち上がるのは2010年ごろと見られている。(図 IV.1-1-②-3)

本年以降2008年までに、高分子有機ELを実用化する計画を有するデバイスメーカーが数社ある。2010年には、ディスプレイ用に用いられる高分子有機EL素子の市場規模として2000億円/年程度が期待される。通常、デバイスに対して材料は10%程度のコストとなっていると仮定し計算すると、期待される材料市場は200億円/年程度である。さらに、将来はディスプレイだけではなく、照明やその他の分野にも同様の材料が利用されるようになると、これらユーザーへの材料供給により、数百億円の市場が期待される。

本プロジェクトにおいて、インク化、量産化の検討も行っており、実生産スケールでの供給体制を早急に確立することは可能である。

本プロジェクトにおいては、インクジェットなどのプロセスを考慮したインクも開発した。固体での材料販売よりもむしろ、プロセスに適合したインクでの供給が重要である。

デバイスメーカーが使い易い形態で、材料を供給することで、実用化を促進する。

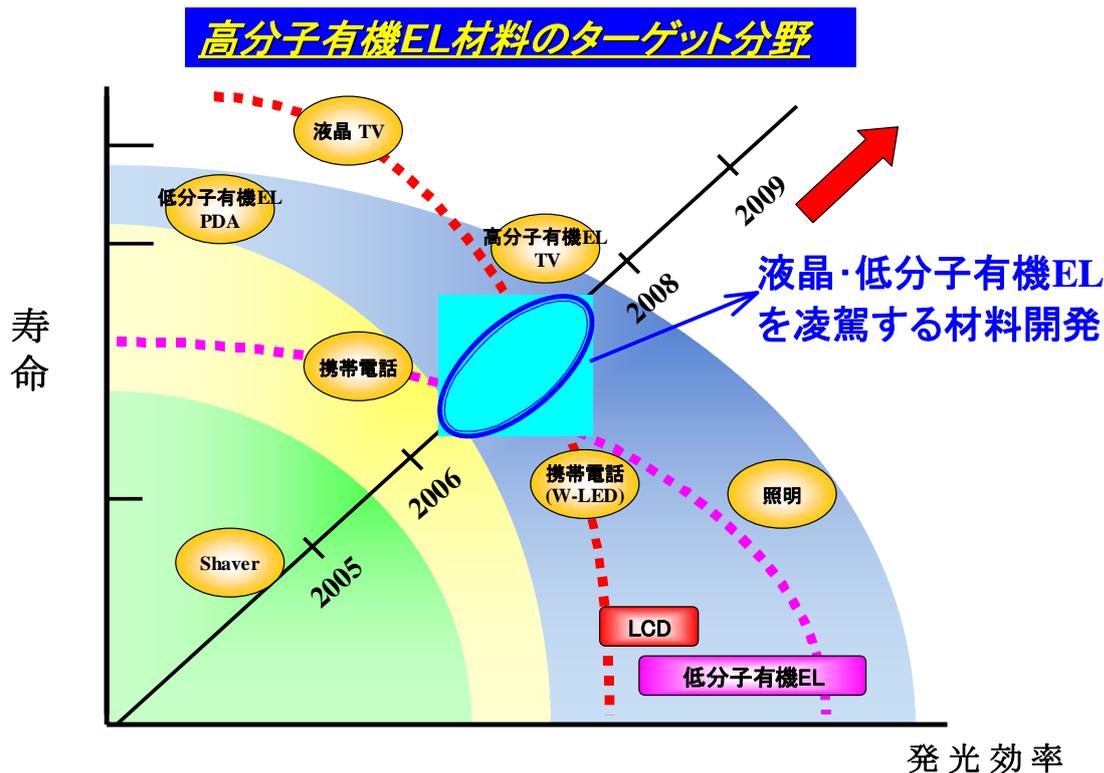


図 IV. 1-1-②-3. 高分子有機 EL 発光材料のターゲット

1-2. 有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術

1-2-1. 最適成型加工技術

①インクフォーミュレーションとインクジェット法

イ. 対抗技術

フルカラーディスプレイへの実用化に向けては、現時点では RGB の三原色を塗分けて表示する方法が最有力とされ、塗分ける技術としては、インクジェット法がもっともふさわしいとされている。しかしながら、上述したように、対抗する技術としては、レーザー転写 (LIT)、フォトリソ法、また、フレキソ印刷やその他の印刷法の検討もなされている。

一方で、塗分け方式以外では、白色の発光材料とカラーフィルターを用いる方式や、青色発光材料をもちい、色変換フィルターを用いる方式が提案されている。これらの場合は、全面で同一の発光を行うことから、塗り分けが必要なく、既存のスピンコート法が適用できるためプロセスが単純となるという長所がある。しかしながら、光の利用効率が悪いため、発光材料のより一層の高性能化が必要となると短所がある。

ロ. 市場動向

有機 EL 素子の開発においては、フルカラーディスプレイの他、それぞれにふさわしいプロセスを用い

た多種多様な用途への検討がなされている。例えば、レーザープリンターヘッド、照明、ポスターなどの広告媒体への展開があげられる。

ハ．市場性

上記、開発動向を受け、様々な用途、プロセスに適した、インクを開発していくことが、将来、高分子発光材料の飛躍的な市場につながると考えられ、今後ますます重要性が増すと考えられる。

②封止技術

イ．対抗技術

通常、低分子有機 EL 素子や高分子有機 EL 素子においては、金属缶やガラス板を光硬化性や熱硬化性のエポキシ樹脂を用いて、背面から貼合することにより、封止する方法が採用されている。内部に空間を作り、そこに乾燥剤を入れる方法や、全面に樹脂を塗布する方法があるが、いずれも、金属やガラスによってバリア性を付与する技術である。

これらの方法は、水や酸素の透過性が十分に低いので、確実に素子の劣化を抑制することができるものの、素子が、重く厚くなるという欠点があった。

ロ．市場動向

近年、携帯機器に搭載されるディスプレイは、軽く薄いものに改良が進んでいる。また、フレキシブルな基板を用いた素子の開発が進められており、巻き取ることのできる大面積のディスプレイなどの実現が期待されている。

ハ．市場性

本プロジェクトで、RGBの高分子有機EL発光材料に適した周辺材料を設定した。電荷輸送機能を有するインターレイヤー材料など、発光材料との組合せを最適化した。

デバイスメーカーが高分子有機ELを実用化する際には、発光材料と周辺材料のセットで供給し、さらに必要に応じて市販材料も組み合わせて、高性能が発揮できる技術を提供することを目指している。すなわち、材料とプロセス含むトータル技術を提供することにより、実用化を促進する。

③陰極形成技術

イ．対抗技術

陰極形成技術としては、大きく真空環境下で製膜する手法と大気環境下で製膜する手法の2つに分類される。有機EL素子製造プロセスとしては、まだまだ多くの課題を抱えているが、現在ローコスト製

造プロセスとして、大気環境化における印刷法（インクジェット、スクリーン印刷 等）の検討が始まっている。新規高分子材料の開発動向次第では、後者の方法が優位になる可能性は十分にあると考えられる。

ロ. 市場動向

ディスプレイ市場が今後益々発展するためには、ディスプレイ性能の向上と合わせて、製造コストの低減は非常に重要である。昨今、TFT-LCDやPDPの画品質の向上とパネルコストの低下は目を見張るものがある。

このような背景の中で、画品質向上はもちろんの事、高寿命化、大型基板に陰極膜をある膜厚の均一性を確保しつつ生産性に見合った製膜レートで有機EL素子にダメージを与えず製膜できる技術を確立する事は有機ELデバイスの発展にとって必須の命題である。

ハ. 市場性

陰極材料を $1\text{nm}\sim 1\mu\text{m}$ の厚みで $\pm 10\%$ 以内の精度で2層以上形成出来る陰極製膜技術として本プロジェクトで開発したダメージ対策機構付電子ビーム製膜法及び新規蒸着源に関しては、現在、第2、3世代の基板サイズにおいて検討が始まっているが、第4世代である $70\times 90\text{cm}$ 角以上の大型基板上の実用化にも適用できる製膜法であると考えている。また第5世代以降の更なる基板の大型化を目指すには、前記製膜法よりもスパッタ法が有利であり、この開発を促進する必要があると考えている。

④マスクレス加工技術

イ. 対抗技術

陰極配線形成技術として、マスクレス加工技術以外に高精細シャドウマスクによる陰極配線形成法、フォトリソを用いた陰極隔壁による陰極配線形成法、インクジェット塗布印刷法による陰極配線形成法が考えられる。

ロ. 市場動向

大型ディスプレイパネル及び小型パネルの生産性向上の要求に伴う基板の大型化に関する要求はTFT-LCD、PDPを問わず有機ELデバイスにおいても同様である。

現状の有機ELデバイス製造プロセスにおいて基板の大型化を推進する上で解決しなければならない重要課題の一つとして、陰極配線形成における大型シャドーマスクを高精度、軽量、低コストで提供できるがある。現状では、シャドーマスクを高精度で製造するためには、高コスト、高重量化が避けられない。そのためランニングコストがアップしてしまう。また高製造歩留まりを維持するためには、シャドーマスクの定期的な洗浄も必要となり、洗浄液の廃液処理等の環境に対する影響も懸念されている。そのため、いくつかのマスクレスプロセスの検討がなされている。

その一つとして、フォトレジストを逆テーパ形状に加工した陰極隔壁法が実用化されている。ところがこの方法は基板の大型化に伴い、製膜時の角度依存性の問題を避けるために、基板と蒸着源の距離を出来る限り離さなくてはならなくなる。その結果、製膜レートの低下が避けられず生産性が大幅にダウンしてしまう。更に、陰極隔壁形成プロセスではフォトラインが必要であり且つ廃液処理施設も必要になるため、インシヤルコスト及びランニングコストの増大は避けられない。その他の方法として、大阪大学菅沼教授が金属微粒子を用いたインクジェットにより微細な回路パターンを形成する方法を提案⁶⁾しているが、インクジェット塗布後に200℃以上の焼成が必要なプロセスがある。また、有機EL用として応用するためには、アルカリ金属等のインク化も必要となり、まだまだ克服しなければならない多くの課題を抱えている。

従って、レーザーによるマスクレス加工技術開発は、有機ELデバイスの実用化を加速する上で非常に重要な要素技術の一つであると考えている。

ハ．市場性

基板の大型化に伴い、パッシブ用有機EL素子の陰極配線パターン加工プロセスとして、シャドウマスク法を適用する場合、高精細パターンはもちろんであるが、ラフパターンであっても、シャドウマスクの大型化が必要になり、シャドウマスクの製造コスト及びシャドウマスクの洗浄コストに要するランニングコストは急激に増加することになる。従って、製造コスト低減の大命題にとって非常に大きなマイナス要因となる。

そのため、レーザーによるマスクレス加工技術の実用化は生産性の向上及び環境対策にとっても非常に有効な加工技術である。

今後の実用化に向けての最も重要な課題は下地にダメージを与えずに陰極配線金属のみを加工する選択加工技術の性能向上であると考えている。

更に、以下の課題も十分に考慮し開発を進める必要がある。

- i)レーザー加工後の有機と陰極膜界面へのダメージ量の定量的把握及び低減
- ii)加工時に生成するドロスの影響の把握及び低減
- ii)加工時に発生するデブリの影響の把握及び低減
- iv)動作試験によるデバイスの信頼性の把握（経時変化）及び性能向上
- v)加工装置の生産性向上と装置コストの低減

これらの課題が克服されれば、有機ELディスプレイ以外のレーザー加工の応用技術として有機TFTの配線加工技術にも採用される可能性があると考えている。

1-2-2. プロセスインテグレーションシステム

①対抗技術

イ．TFT-LCD製造ライン

ロ. PDP製造ライン

ハ. FED製造ライン

②市場動向

省エネルギー、省スペース、高画品質、低価格のディスプレイ表示デバイスの実現に向けて、フラットパネルディスプレイ市場では、各種ディスプレイデバイスの開発が激化している。その中で、TFT-LCD、PDPディスプレイデバイスが開発競争の先頭にたっている。第2集団として有機EL、SED、FEDがこれらに追いつき、追い越そうと開発にしのぎを削っている。

③市場性

有機ELディスプレイデバイスの完成品は液体を使用するTFT-LCDや真空空間を必要とするPDPとは異なり全固体素子である。また、高効率、高寿命高分子発光材料の開発、マスクレス陰極配線加工技術及び完全固体ディスプレイ化に必須技術である膜封止技術が確立されれば、大型フレキシブルディスプレイデバイスへの応用展開への道も開かれると考えている。

2. 事業化までのシナリオ

2-1. 高性能高分子発光材料創製技術

2-1-1 想定されるビジネスモデル

高分子有機EL素子の中心になって機能する高分子有機EL材料をラインナップし、インクジェットプロセスに適用可能なインクとして、デバイスメーカーに販売する。

製造プロセスやそのための装置まで、トータルに技術が連携しており、これらを含めた技術パッケージを材料に付けることで、高付加価値の材料として販売できる。

2-1-2. 事業化戦略

材料の製造は、当社工場の既存の有機合成設備を活用し、材料の合成・精製およびインク化、ボトル充填を一貫して行う。

材料の販売に関しては、既に設立済みの当社関連会社（サメイション）を通じ、高分子有機EL素子デバイスメーカーに、主にインクとして供給する予定である。

すでに、当社と関連会社により、材料開発、材料製造（量産、品質保証）、販売が可能な体制はできしており、顧客から得られる情報をフィードバックして新たな材料開発を行うことにより、市場を開拓する。

2-1-3. 売上目標

本年以降2008年までに、高分子有機ELを実用化する計画を有するデバイスメーカーが数社あり、これらユーザーへの材料供給が期待できる。

現在の低分子有機EL素子における材料市場と、今後の拡大を見込んで、2010年には200億円程度の売上が期待できる。ただし、今後の開発進捗状況により、LCDや低分子有機EL素子市場からの程度置き換えられるかにより、売上は大きく変わる。

世界的に見て、高分子LED材料を工業的に供給できるメーカーは限られているが、当社は同業他社に比べて技術的に優位に立っているため、過半数のシェアを目指す。

2-1-4. 想定顧客

- ・FPDのデバイスメーカー
- ・ それらメーカーにモジュールとしてディスプレイを提供する部品メーカー

2-2. 有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術

2-2-1. 想定されるビジネスモデル

- ① 前処理、インクジェットによる発光層の製膜、ダメージレス製膜、レーザーによる陰極配線形成、膜封止形成プロセスをシステムインテグレーション化した一貫製造ラインの製造、販売。
- ② スタンドアローンのマスクレスパターン加工実験装置の製造、販売

2-2-2. 事業化戦略

① ダメージレス製膜技術

ダメージレス製膜技術に関しては、適宜、市場の要求及び動向に合わせて仕様を決定し、大型基板対応プロセスインテグレーションシステムに適用してゆく。

② マスクレス加工技術

マスクレス加工技術に関しては、今後は以下のステップを踏み、レーザー加工技術の普及を通して市場の開拓をはかってゆく。

ステップ1 (啓蒙期 H18年度)

学会、展示会等を通してレーザー加工技術の啓蒙活動を実施する。

まずLAMP2006(第4回レーザー先端材料加工国際会議:2006/5/16-19)において論文発表と合わせて高分子有機EL素子点灯表示サンプルのデモ展示を行う。

ステップ2 (実証期 H18~19年度)

本プロジェクトで導入したレーザー加工実験装置により、陰極アルミニウムに限定せず、その他の金属薄膜やその他の薄膜材料についても顧客の要望に合わせてデモ実験を行う。この実験を通して、レ

ーザー加工に関する各種基礎データを収集すると同時に、現状のレーザー加工装置の問題点および要望及び改善項目を明確にする。

ステップ3（実用化 H19～21年度）

ステップ2で得られた情報をベースにプロトタイプの実験機仕様をまとめ販売活動を開始する。これと並行して、次期ステップの改良型装置開発に着手する。

ステップ4（事業化 H21～22年度）

レーザー加工機を高分子有機EL製造用のプロセスインテグレーションシステムに組み、更にプロセスインテグレーションシステム化のための要素技術開発を加速させる。

2-2-3. 売上目標

高分子有機EL製造用のプロセスインテグレーションシステムの装置市場において、平成18年度はシェア15%、平成22年度にはシェア30%を目指す。

2-2-4. 想定顧客

- ・有機ELデバイスメーカー
- ・有機EL材料メーカー
- ・大学及び各種研究機関

3. 波及効果

3-1. 高性能高分子発光材料創製技術

本プロジェクトにおいて、高性能高分子有機EL発光材料を開発し、その性能を引き出すために、周辺材料を選択した。

開発した高分子有機EL発光材料を用いることにより、従来はなかった新しいディスプレイの開発が可能となる。例えば、フレキシブルな基板を用いることにより、丸めたり曲げたりできるフレキシブルなテレビが可能である。また、塗布型の特徴を生かして、大面積のディスプレイを容易に作製することが期待される。

また、ディスプレイだけではなく、発光素子を用いる様々な用途、デバイスの開発が促進される。例えば、高効率の発光材料を用いた平面状の照明などへの展開が考えられる。また、有機高分子材料を光・電子デバイスに用いることができるという実績を示したことにより、今後、さらに有機トランジスタなど、幅広く有機エレクトロニクス分野が発展することが期待される。

本プロジェクトにおいては、関連分野の研究を行っている大学等への委託研究を行った。委託先の研究機関においては、新しい分野の開拓を目指した意欲的な研究が行われ、機会をとらえて、学会発表や論文投稿が行われた。それにより、当分野に対する研究者の関心が高まり、研究者数も増加した。今後当分野において、さらに活発な研究開発が行われることが期待される。

3-2. 有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術

3-2-1. インクフォーミュレーション

本プロジェクトで開発したインクフォーミュレーション技術を更に展開していくことで、インクジェット法のみならず、様々な新規用途やそれに適したプロセスに適合したインク化技術を展開することが可能となる。真空技術を必要としない、全て有機材料のみからなる有機エレクトロニクスデバイスへの展開が可能となる。

3-2-2. 封止技術

本プロジェクトで検討した膜封止技術は、フレキシブルディスプレイには必須の技術と考えられる。また、基板の軽量化、薄膜化にも非常に有効で大面積かにも繋がる技術となる。更に、ディスプレイ用途だけでなく、有機トランジスタなどの新技術への適用も可能と考えられる。

3-2-3. ダメージレス製膜技術

大型基板用陰極製膜技術としてダメージ対策機構付電子ビーム製膜法及び新規蒸着源の2項目については実用化の目処がたった。

スパッタ製膜技術において高分子有機EL素子素子製造への適用にあたり、スパッタ製膜特有の利点や

課題がある事がわかった。今後、スパッタ製膜特有の問題点が解決されれば、陰極製膜用のみならず低温且つ低抵抗ITO製膜への応用や膜封止用の透明絶縁膜の応用も考えられる。スパッタ製膜技術は高分子有機EL素子素子基板の大型化には非常に有効な技術であり波及効果も大きいため早急に問題点の原因究明を行い、実用化開発を急ぐ必要がある。

3-2-4. マスクレス加工技術

レーザー加工による陰極配線パターン加工技術は、エッチング液やエッチングガスの何れも利用しない完全ドライプロセス加工技術である。従って、廃液処理システムや特殊排ガス処理システムは不要となる。特に、フェムト秒ファイバーレーザー電源は100V電源（消費電力は320W以下）で動作し、レーザー加工時の出力もmWオーダーであり、デバイス加工用製造装置としては極めて低消費電力の装置である。

従って、本レーザー加工技術は、本プロジェクトの目的である「革新的温暖化対策技術プログラム」の一貫として実施し、地球温暖化推進大綱への寄与も十分に期待できる加工技術あり、環境に優しい将来性のあるデバイス加工技術として十分な潜在能力を持った加工技術であると確信している。

以上

(引用文献)

5) 「有機ELディスプレイの開発状況」 PIONEER R&D Vol.13 No2

6) 「金属微粒子とインクジェットで微細配線を直接描画」 NIKKEI ELECTRONICS 2004.12.6

2. 分科会における説明資料

本資料は、分科会において、プロジェクト実施者がプロジェクトを説明する際に使用したものである。

高度情報通信機器・デバイス基盤プログラム
地球温暖化防止新技術プログラム
「高分子有機EL発光材料開発プロジェクト」

(平成15年度～平成17年度 3年間)
事後評価

NEDO技術開発機構
ナノテクノロジー・材料技術開発部
2006年5月22日

I.事業の位置付け・必要性について (NEDO 中村)

- (1)事業の性格、NEDOが関与する意義
- (2)高度情報通信機器・デバイス基盤プログラム
- (3)地球温暖化防止新技術プログラムでの位置づけ
- (4)事業の目的
- (5)事業の意義
- (6)実施の効果

II.研究開発マネジメントについて (NEDO 中村)

III.研究開発成果について (住友化学、トッキ)

IV.実用化、事業化見通しについて (住友化学、トッキ)

I. 事業の位置付け・必要性について

事業の性格

- ・高分子有機EL発光材料およびプロセスに関する研究は、我が国の**国際競争力**を高める重要な**基盤技術**
- ・**地球温暖化対策**につながる省エネルギー技術

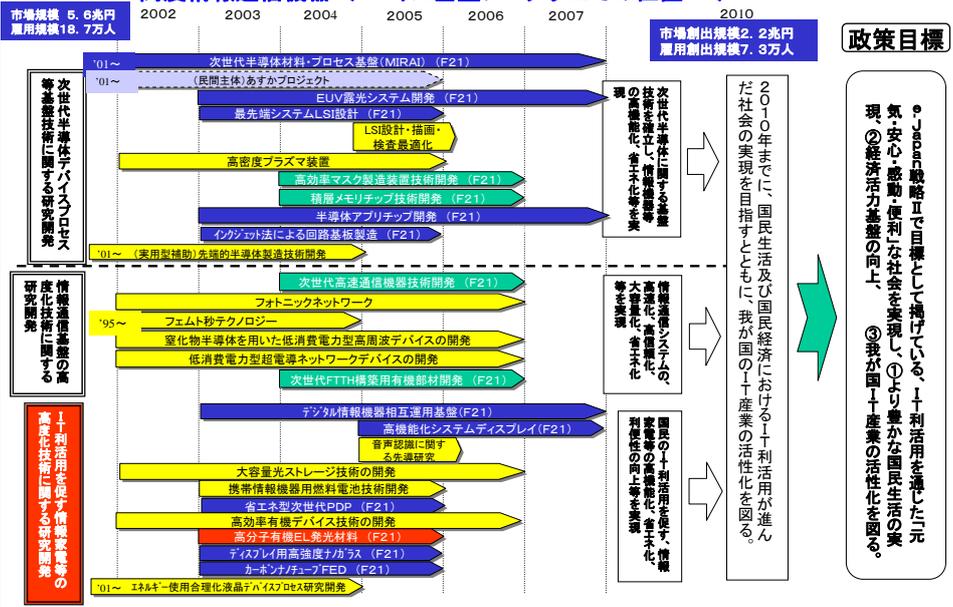
NEDOが関与する意義

「**高度情報通信機器・デバイス基盤プログラム**」の一環として
 高精細・低消費電力等の高機能なディスプレイを実現するために必要な基盤的技術および新産業の芽となる技術を開発する事を目的とする**国家的な課題**であり、NEDOの持つこれまでの実績を活かし、推進すべき事業である。

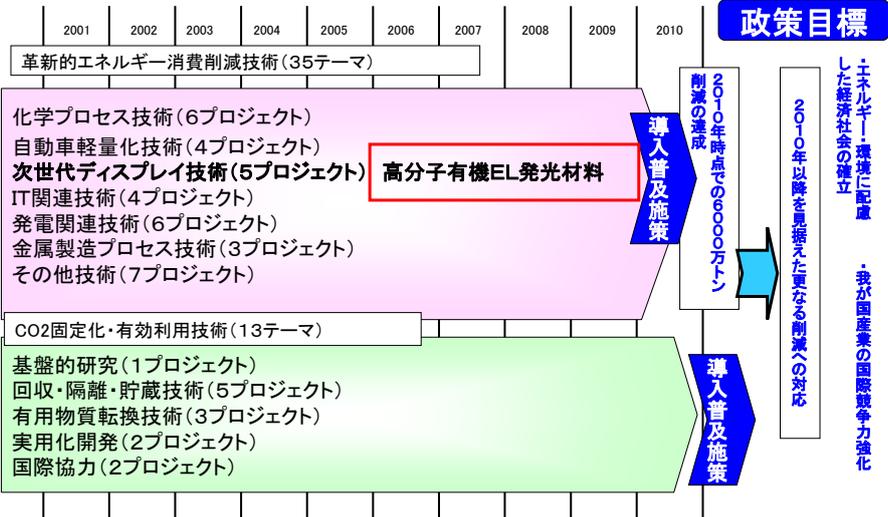
「**地球温暖化防止新技術プログラム**」の一環として
 エネルギーの消費を抜本的に改善することで、**二酸化炭素の排出抑制**に寄与する事を目的とする**国家的な課題**であり、NEDOの持つこれまでの実績を活かし、推進すべき事業である。

I. 事業の位置付け・必要性について

高度情報通信機器・デバイス基盤プログラムでの位置づけ



地球温暖化防止新技術プログラムでの位置づけ



事業の目的

環境・エネルギー・経済のバランスがとれた持続可能な社会の構築を念頭に、薄型ディスプレイの開発に寄与できる材料開発をプロセス開発と一体的に推進する。

事業の意義

大面積化に好適な材料として高分子有機EL発光材料をとりあげ、最適成形加工技術と一体的に開発を進めることにより、我が国の材料分野における競争力を高めることができる。また、省エネ、二酸化炭素排出抑制を図ることができる。

実施の効果 (費用対効果)

費用の総額(助成率:1/2)

13億円 (H15年~H17年助成金総額)

市場の効果(2008年時点)

200億円 (インク材料のみとして)

省エネルギー効果

3.3万kl/年 (2010年推定、原油換算)

8.9万トン/年 (2010年推定、CO₂換算)

II. 研究開発マネジメントについて (NEDO 中村)

- (1) 事業の目標
- (2) 事業の計画内容
- (3) 研究開発の実施体制
- (4) 情勢変化への対応
- (5) 研究の運営管理

III. 研究開発成果について (住友化学、トッキ)

- (1) 成果の概要
- (2) 成果の普及と広報

IV. 実用化、事業化見通しについて (住友化学、トッキ)

II.研究開発マネジメントについて

(1)事業の目標

①高性能高分子発光材料創製技術の開発

i) 高発光効率と長寿命特性を両立する
高性能高分子有機EL発光材料の開発

ii) 高性能高分子有機EL発光材料に最適な周辺材料の設定

②有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発

i) 最適成形加工技術の開発

ii) プロセスインテグレーションシステムの設計

II.研究開発マネジメントについて

(1)事業の目標(課題、目標、目標設定の根拠)

①高性能高分子発光材料創製技術の開発

i) 高発光効率と長寿命特性を両立する高性能高分子有機EL発光材料の開発

克服すべき課題	目標	設定根拠
高発光効率化	白色輝度が150cd/m ² の時の発光効率 赤色:3lm/W、緑色:12lm/W、青色:5lm/W	RGBフルカラーディスプレイを実現するための 実用化の開始レベルの輝度と効率 発光効率=電荷バランス・再結合確率・発光量子収率
長寿命化	輝度半減 1万時間以上	実用化開始レベルの寿命
量産製造技術の確立	1t/年、インク開発	全世界への安定供給 インクジェットによる省液化

ii) 高性能高分子有機EL発光材料に最適な周辺材料の設定

克服すべき課題	目標	設定根拠
正孔注入材料の設定	溶媒の選択性 イオン化電位 5.0eV~5.5eV	発光材料との積層可能と正孔注入性、 陽極ITOからの正孔注入性の確保
陰極材料の設定	イオン化電位 3.0eV以下 RGB共通	RGB発光材料への共通した電子注入性の確保
封止材料の設定	透水性 10 ⁻⁴ g/m ² ・日以下	陰極を劣化させない十分なバリア性能

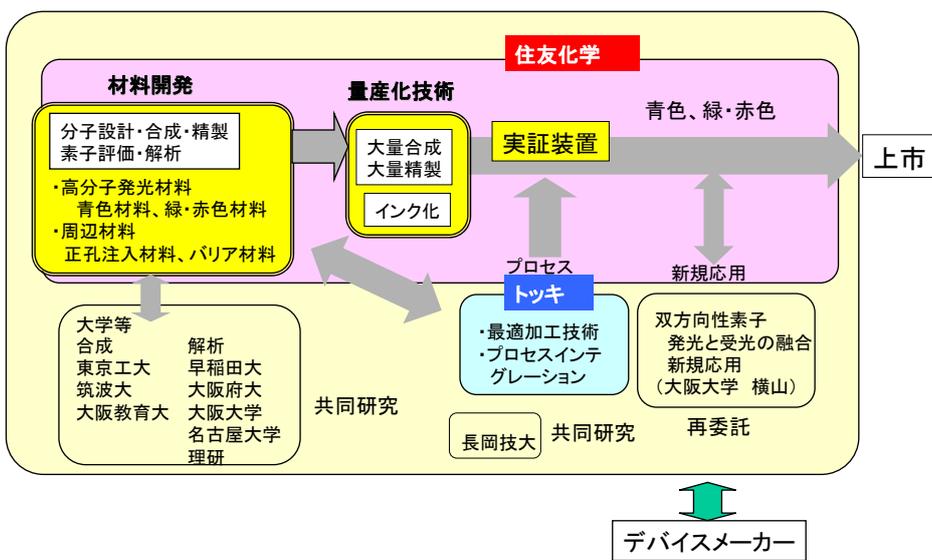
II. 研究開発マネジメントについて

(2) 事業の計画内容

テーマ区分	主な研究開発実施事項	平成15年度	平成16年度	平成17年度
① 高性能高分子発光材料創製技術の開発	高分子発光材料 青色 緑・赤	特性向上検討	量産化検討	一層の高性能化
		材料開発 (青色+発光基)	量産化検討	実用化検討・高性能化
	プロセス適合性周辺材料の選定	青色インク化	正孔注入材料の選定	緑・赤インク化
	新規デバイスなど	大学への再委託・原理確認		双方向の実証
② 有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発	高分子有機ELのプロセス評価	基本材料とプロセス評価	有機EL素子性能維持に必要な材料の管理項目/基準の明確化	有機EL素子性能維持に必要な材料の管理パラメータ制御の装置化対応の実現
	20cm角による要素技術開発		パネル製造婦色セスのための基本データ収集	大型基板用装置に必要な固有の要素技術開発
	大型基板用高分子有機ELシステム			大型基板用のプロセスインテグレーションシステムの提案

II. 研究開発マネジメントについて

(3) 研究開発の実施体制



Ⅱ. 研究開発マネジメントについて

2006/5/22

(3) 研究開発の実施体制

年間予算の推移(助成率1/2)

(単位:百万円)

助成先	平成15年度		平成16年 度	平成17年 度	助成額 合計
	上期	下期			
住友化学	109	100	561	446	1,216
トッキ	5	8	13	55	81

(4) 情勢変化への対応

加速財源

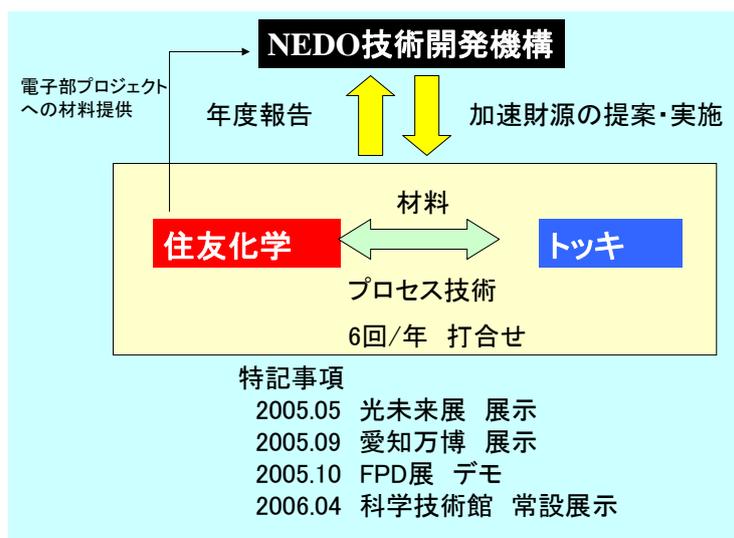
平成16年秋 85.5 百万円→インク化・特性評価、量産化検討を実施。

平成17年春 20 百万円→インクの不純物除去、陰極形成時の発光材料へのダメージ抑制蒸着源の開発

Ⅱ. 研究開発マネジメントについて

2006/5/22

(5) 研究開発の運営管理



高度情報通信機器・デバイス基盤プログラム
地球温暖化防止新技術プログラム

「高分子有機EL発光材料開発プロジェクト」

(平成15年度～平成17年度 3年間)
事後評価

NEDO技術開発機構
ナノテクノロジー・材料技術開発部
2006年5月22日

内 容

I. 事業の位置付け・必要性について (NEDO 中村)

- (1) 事業の性格、NEDOが関与する意義
- (2) 高度情報通信機器・デバイス基盤プログラム
- (3) 地球温暖化防止新技術プログラムでの位置づけ
- (4) 事業の目的
- (5) 事業の意義
- (6) 実施の効果

II. 研究開発マネジメントについて (NEDO 中村)

III. 研究開発成果について (住友化学 大西、土居、トッキ 鎌田)

IV. 実用化、事業化見通しについて(住友化学 大西、土居、トッキ 鎌田)

Ⅲ. 研究開発成果について

(1) 成果の概要

開発項目

① 高性能高分子発光材料創製技術の開発

- i) 発光効率と長寿命特性を両立する高性能高分子有機EL発光材料の開発
- ii) 高性能高分子有機EL発光材料に最適な周辺材料の設定

② 有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発

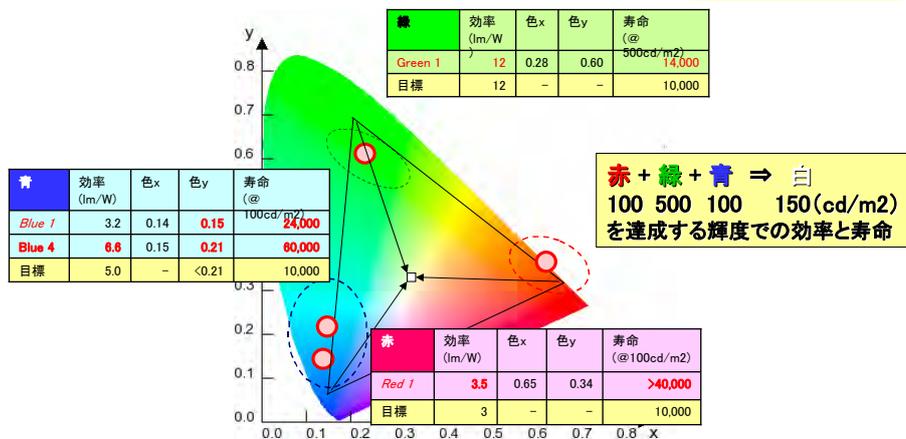
- i) 最適成形加工技術の開発
- ii) プロセスインテグレーションシステムの設計

Ⅲ. 研究開発成果について

(1) 成果の概要

① 高性能高分子発光材料創製技術の開発

RGB材料特許出願



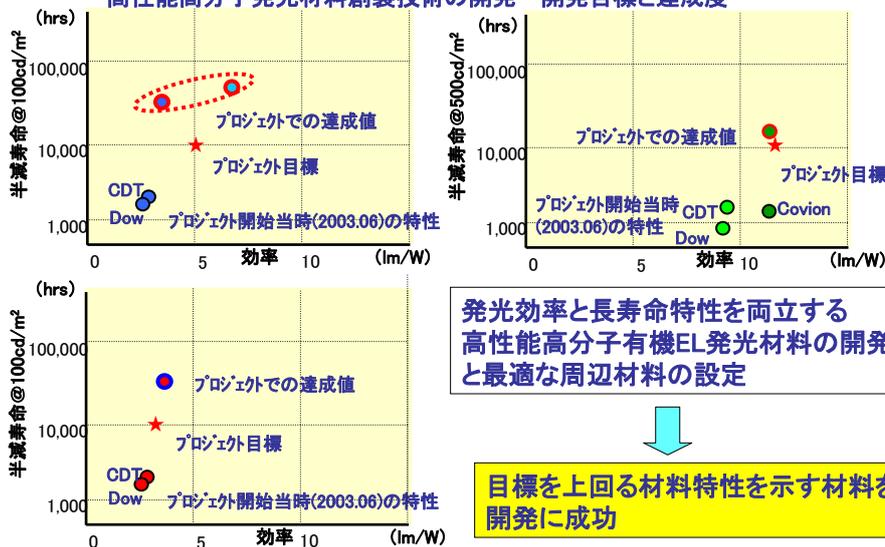
本事業で開発したRGB高分子発光材料の特性

Ⅲ. 研究開発成果について

2006/5/22

(1) 成果の概要

高性能高分子発光材料創製技術の開発—開発目標と達成度—



Ⅲ. 研究開発成果について

2006/5/22

(1) 成果の概要

①高性能高分子発光材料創製技術の開発—開発目標と達成度—

項目	目標	達成値	達成度
青色発光材料	5 lm/W 10,000時間@100cd/m ² CIE-y<0.21	6.6 lm/W, 60,000hrs@100cd/m ² CIE-y~0.21	>100%
緑色発光材料	12 lm/W 10,000時間@500cd/m ²	12.0 lm/W, 11,000hrs@500cd/m ²	100%
赤色発光材料	3 lm/W 10,000時間@100cd/m ²	~3.5 lm/W, >40,000hrs@100cd/m ²	>100%
量産製造技術	1 t/年 (1 kg/ハッチ)	量産体制確立 (~700g/ハッチ実施) 1Kg/ハッチ対応可能	100%
インク化(RGB)	インクジェット塗布 (塗り分け)	RGBインク塗り分け ドットマトリクスパネル試作	100%
周辺材料	正孔注入、インターレイヤー、陰極 RGB用設定	RGB共通設定	100%

(1) 成果の概要(項目別)

開発項目

① 高性能高分子発光材料創製技術の開発

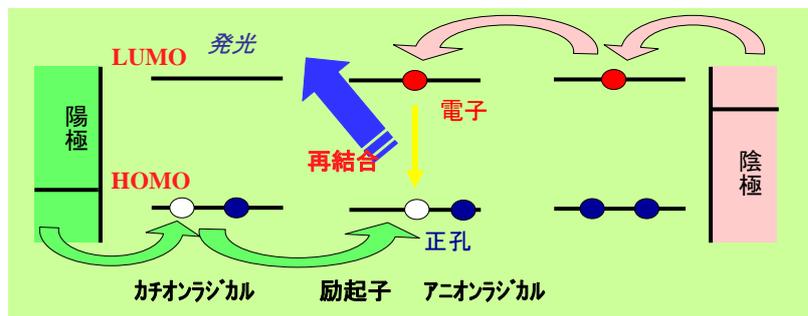
- i) 発光効率と長寿命特性を両立する高性能高分子有機EL発光材料の開発
- ii) 高性能高分子有機EL発光材料に最適な周辺材料の設定

② 有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発

- i) 最適成形加工技術の開発
- ii) プロセスインテグレーションシステムの設計

(1) 成果の概要

① i) 高発光効率と長寿命特性を両立する高性能高分子有機EL発光材料の開発
高分子有機EL発光素子に具備すべき特性



- 電子・ホールを受け取り、輸送させること(電荷輸送能力)
- 安定な酸化還元サイクルを有すること(電荷輸送の持続⇒長寿命化の尺度)
- 高い電子・ホールの再結合確率と高蛍光量子収率(高効率化)
- 適切なHOMO・LUMOの制御(電荷注入と色制御)

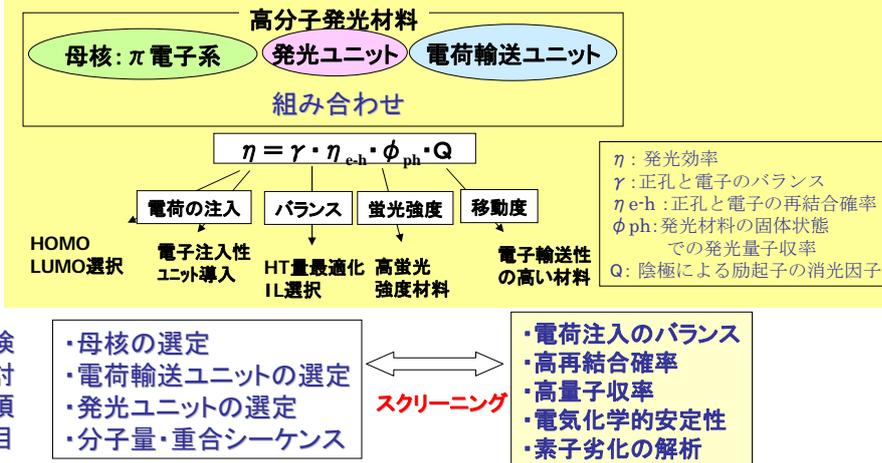
Ⅲ. 研究開発成果について

2006/5/22

(1) 成果の概要

① i) 高発光効率と長寿命特性を両立する高性能高分子有機EL発光材料の開発

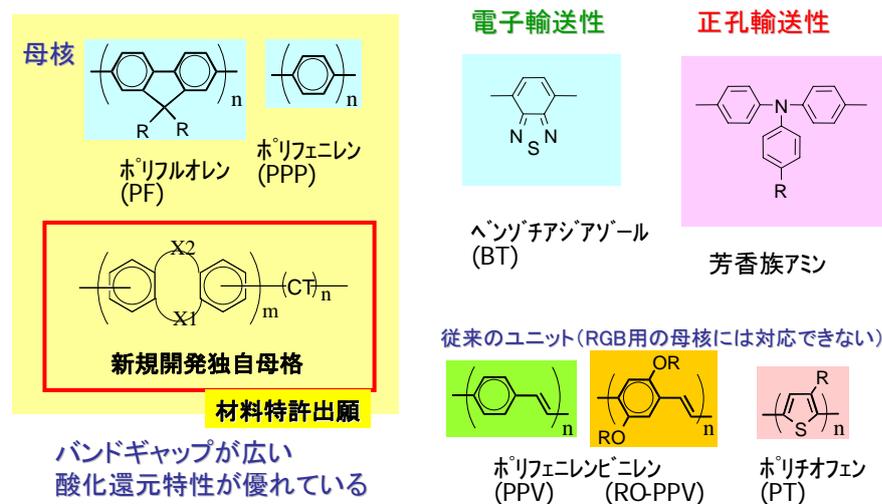
高分子発光材料設計の考え方



Ⅲ. 研究開発成果について

2006/5/22

(1) 成果の概要 高分子発光材料に使われるユニットの選定

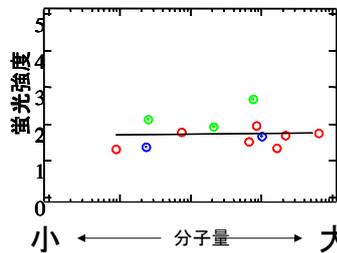
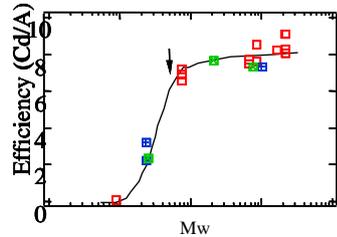


Ⅲ. 研究開発成果について

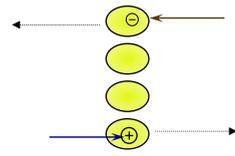
2006/5/22

(1) 成果の概要

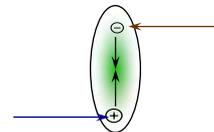
発光効率に対する分子量の影響
→高分子量化手法が必要



★再結合確率の増加



分子量M 小
再結合確率η 小



分子量M 大
再結合確率η 大

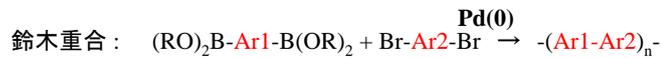
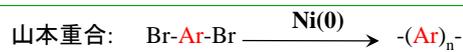
Ⅲ. 研究開発成果について

2006/5/22

(1) 成果の概要

高分子量体が得られる重合法、シーケンス制御

製法特許出願



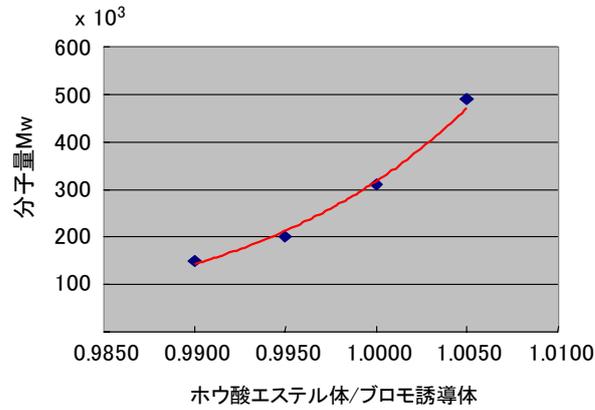
重合法の特徴

重合法	官能基数	構造	分子量
酸化重合	0	ランダム	-
山本重合	1	ランダム	10^3-10^6
鈴木重合	2	交互	10^3-10^6

- 改良山本重合、鈴木重合の条件の最適化で、高い分子量を有する高分子発光材料を合成可能とした。
- 広い分子量範囲で、高精度で分子量の制御が可能(プロセス適合性)
- ランダム(高蛍光)、交互共重合体(電荷輸送性)を制御可能。

Ⅲ. 研究開発成果について

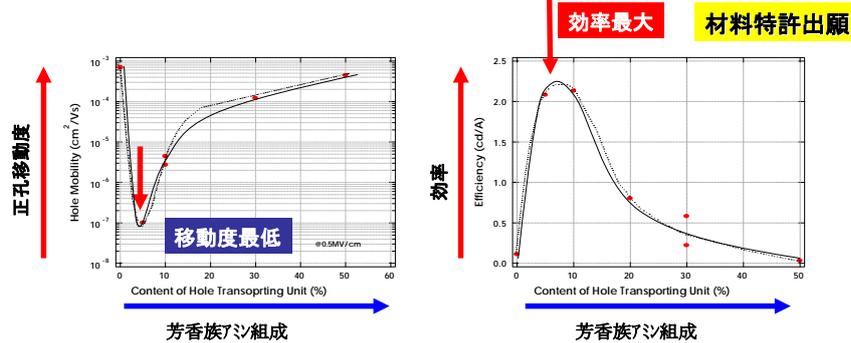
(1) 成果の概要 鈴木重合での分子量制御性



ホウ酸エステル体とプロモ誘導体の仕込比により分子量制御が可能

Ⅲ. 研究開発成果について

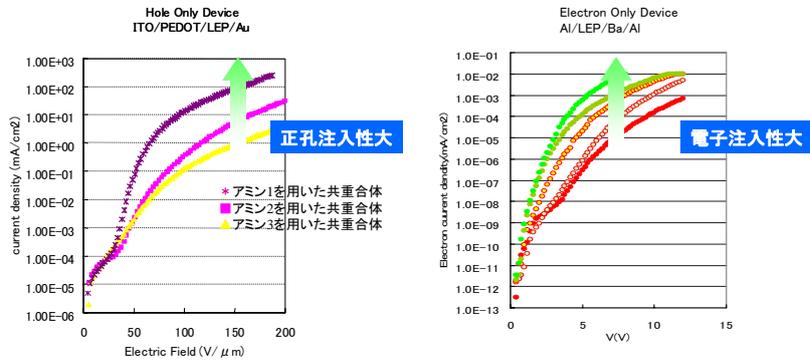
(1) 成果の概要 正孔輸送性の制御による電荷バランスの最適化



正孔注入輸送ユニットの組成比と移動度、EL発光効率

- ・ 正孔輸送ユニットの組成で移動度の制御が可能
- ・ 正孔移動度が最低の組成で効率が最大
- ・ 正孔トラップの効果

(1) 成果の概要 共重合による電荷バランスの検討 材料特許出願

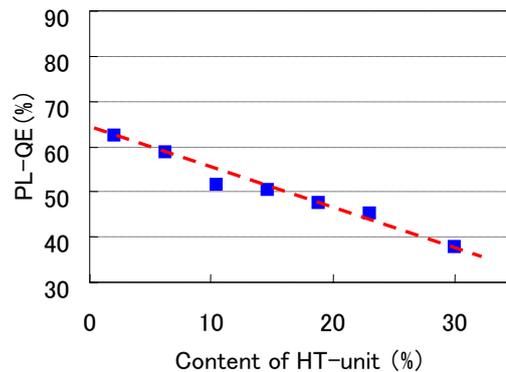


種々のアミンを用いた共重合体の正孔オンリー素子の電流-電界曲線

種々の共重合体の電子オンリー素子の電流-電界曲線

正孔注入性と電子注入性の異なるユニットを組み合わせることで電荷のバランスを最適化することが可能となった。

(1) 成果の概要 アミン共重合比と蛍光量子収率



芳香族アミンの組成比が高いほど、量子収率は低下。
ホール輸送性を考慮した最適な組成比が存在

(1) 成果の概要 高効率化：励起子の結合エネルギーの評価

逆バイアス(PL強度測定)

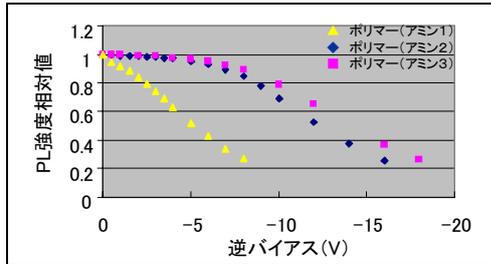
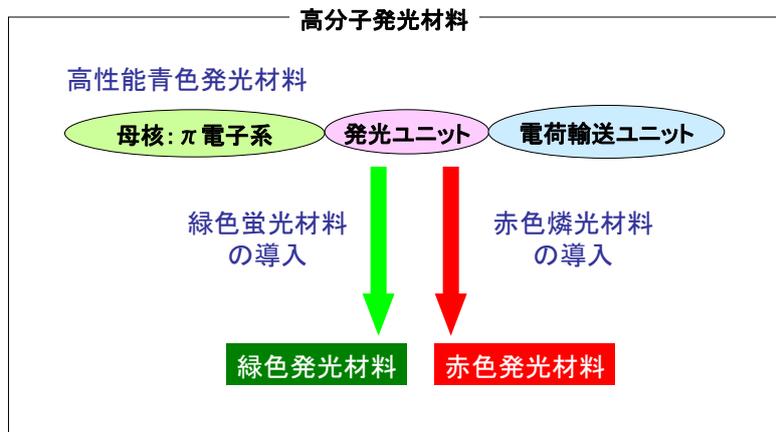


表. アミン共重合体の外部量子収率

	外部量子収率 (%)
ポリマー(アミン1)	2.7
ポリマー(アミン2)	5.0
ポリマー(アミン3)	5.6

逆バイアス印加時の消光が少ないユニットを開発
高発光効率化に成功

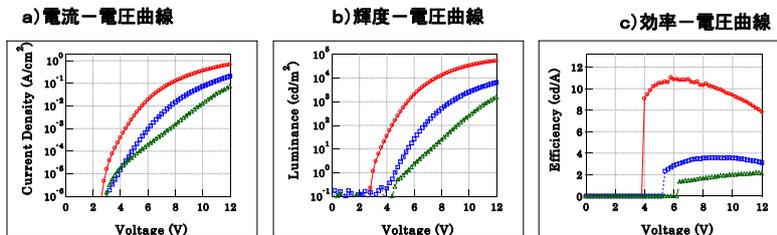
(1) 成果の概要 青色材料から緑色・赤色材料への展開 **材料特許出願**



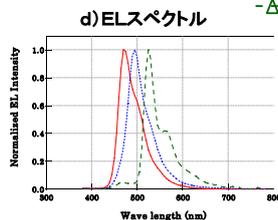
Ⅲ. 研究開発成果について

2006/5/22

(1) 成果の概要 高分子緑色発光材料の開発



- 母核+電荷輸送(青色)
- +発光ユニット1
- △ +発光ユニット2



- ・発光ユニットの導入で、ユニットからの発光を確認
- ・電流値の変化が少ないものが高効率



効率的なスクリーニングにより、
高効率な発光材料の開発に成功。

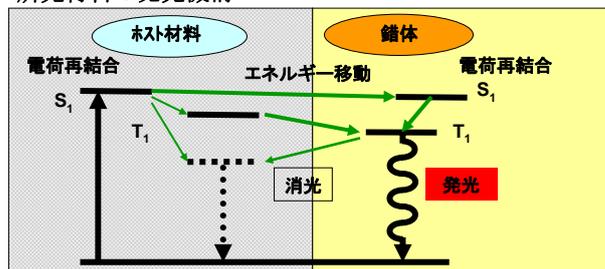
材料特許出願

Ⅲ. 研究開発成果について

2006/5/22

(1) 成果の概要 高分子赤色発光材料の開発 燐光材料の利用

燐光材料の発光機構



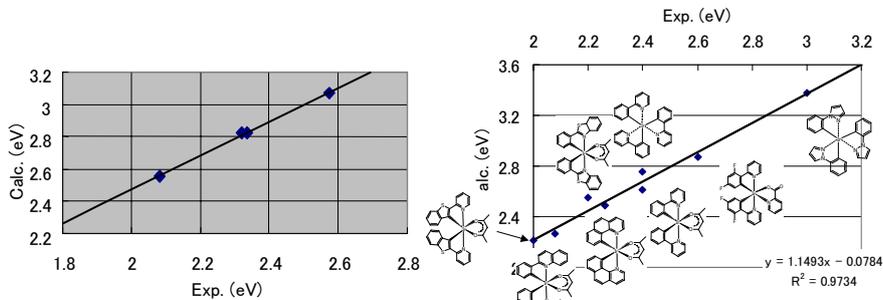
高効率化のために、赤色燐光発光材料を組み合わせた。

Ⅲ. 研究開発成果について

2006/5/22

(1) 成果の概要

高分子赤色発光材料の開発 T1準位の予測



高分子青色材料のT1準位の予測と実測値

燐光性金属錯体のT1準位の予測と実測値

計算値と実測値が良い相関。

→ T1準位が高精度に予測できる分子軌道計算手法の開発に成功

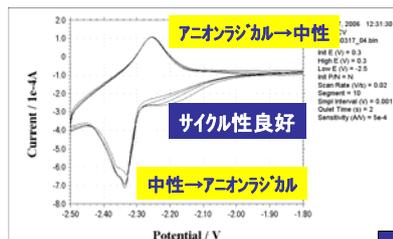
Ⅲ. 研究開発成果について

2006/5/22

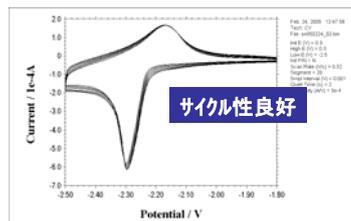
(1) 成果の概要 一層の長寿命化へ

電気化学的な安定性

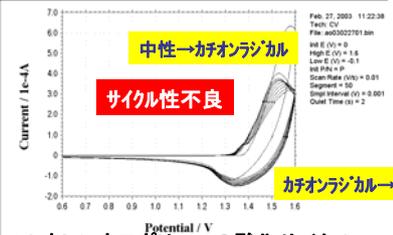
共重合化で安定な高分子材料の創製が可能



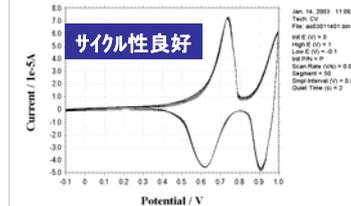
フルオレンホモポリマーの還元サイクル



アミン共重合体の還元サイクル



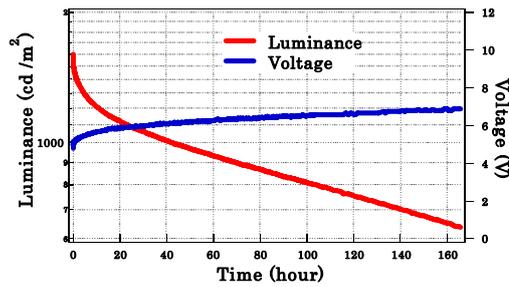
フルオレンホモポリマーの酸化サイクル



アミン共重合体の酸化サイクル

(1) 成果の概要

長寿命化へのアプローチ 劣化挙動の解析
 ー高分子有機EL素子の劣化挙動(高分子青色発光材料)ー

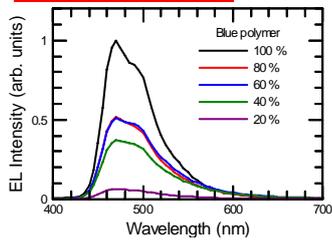


青色材料の素子駆動中の輝度減少と電圧上昇 (寿命試験)

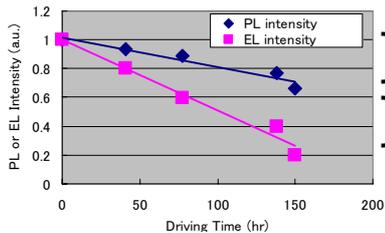
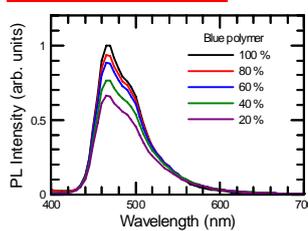
(1) 成果の概要 素子劣化の解析

高分子青色発光材料の駆動中におけるEL輝度とPL強度の低下

ELスペクトルの経時変化



PLスペクトルの経時変化



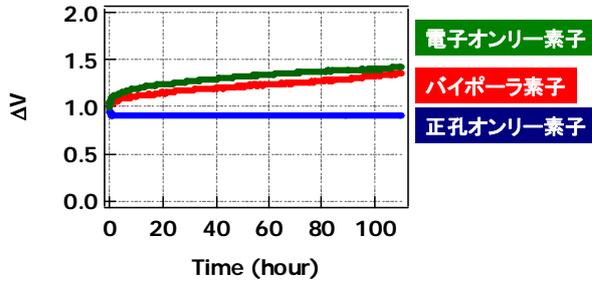
EL強度の低下 >> PL強度の低下

発光材料での劣化

電荷バランスの変化

劣化 = 発光材料の劣化 + 電荷バランスの変化

(1) 成果の概要 電荷バランスの変化



高分子青色発光材料の各素子の駆動電圧の経時変化

駆動中の電圧上昇 バイポーラ素子 >> 正孔オンリー素子
電子オンリー素子

高分子有機EL素子中での電圧上昇は、電子注入の変化によって生じると推定
→ 電荷のバランスの変化によるEL輝度の劣化

(1) 成果の概要

劣化解析のまとめ

デバイス	駆動電圧	電流特性	PLスペクトル
バイポーラ素子	上昇	減少	減衰
正孔オンリー素子	変化無し (駆動初期のみ変化)	変化無し (初期のみ変化と推測)	変化無し
電子オンリー素子	上昇	減少 (注入領域)	強度低下小

- ・発光過程の劣化がPL強度低下の主因
- ・電子注入の減少がバイポーラデバイスでの電流減少(キャリアバランス低下)の主因
- ・緑、赤色発光材料についても同様の結論



発光材料および素子改良による長寿命化検討

(1) 成果の概要

開発項目

① 高性能高分子発光材料創製技術の開発

- i) 発光効率と長寿命特性を両立する高性能高分子有機EL発光材料の開発
- ii) 高性能高分子有機EL発光材料に最適な周辺材料の設定

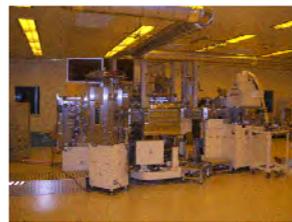
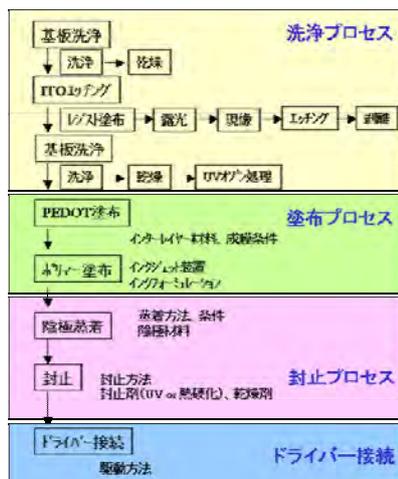
検討項目

- ① 素子化プロセス
- ② 正孔注入材料の設定
- ③ インターレイヤー材料の設定
- ④ 陰極の設定

② 有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発

- i) 最適成形加工技術の開発
- ii) プロセスインテグレーションシステムの設計

(1) 成果の概要 ② 想定される素子作成プロセスと周辺材料の設定

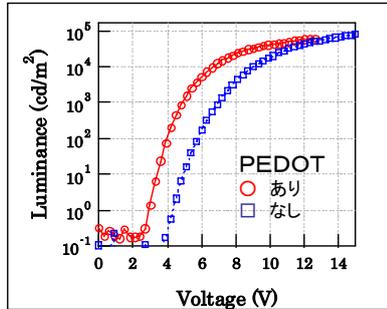
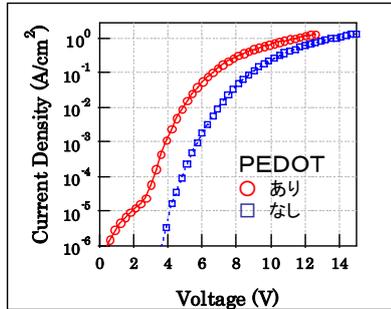


IJ用インク

マスクレス
ダメージレス
透明陰極
膜封止

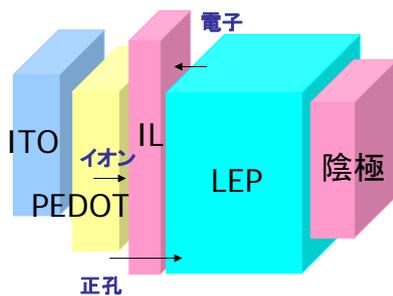


正孔注入材料の設定

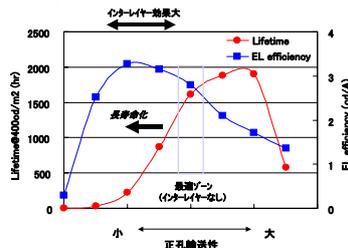


PEDOTの正孔注入層を設けることにより、
駆動電圧の低減と輝度半減寿命の改善が見られた。

インターレイヤの設定



- インターレイヤー
正孔注入層と発光層の間に挿入
- ・アミンポリマーが使用可能
 - ・長寿命化、高効率化に効果
 - ・推定される機能
 - 発光層への正孔注入
 - 電子ブロック
 - 励起子の消光防止
 - PEDOTからのイオン拡散抑制
- など



陰極の設定

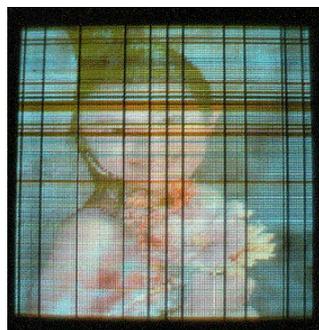
	陰極		
	Ca/Al	LiF/Ca/Al	Ba/Al
青色	×	○	○
緑色	○	×	○
赤色	○	×	○

⇒ Ba/Alであれば、RGB共通に用いることができる

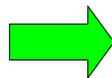
(1) 成果の概要

ドットマトリクス高分子有機EL素子の試作

周辺材料の選定によるデモ素子の試作
素子化プロセス、材料物性へのフィードバック



設定前



設定後

(1) 成果の概要

双方向光変換素子の開発 (大阪大学横山教授との共同開発)

将来はこんなこともできるかな?

双方向性デバイスの提案①

出力光 入力光

フレキシブルな素材に双方向性デバイスを使用すれば、あたかもカメラレオンのように色や柄を変化できる。

双方向性デバイスの提案②

部屋の壁に双方向性デバイスを使用して、その日の気分に合わせて壁の色や柄を変更する。

高分子有機ELディスプレイ方向

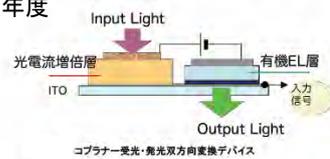
俺よりすごいかも?
・小型検写カメラ
・小型携帯スキャナ
…などの可能性も!

(1) 成果の概要

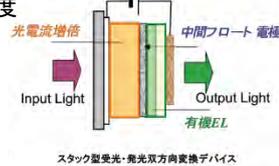
双方向光変換素子の開発 (大阪大学横山教授との共同開発)

素子特許出願

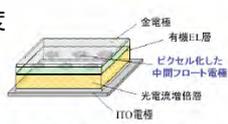
平成15年度



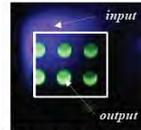
平成16年度



平成17年度

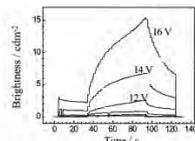


中間フロート電極のパターニング素子の構造と、その動作写真



2次元画像の入力に対してパターンを保持して出力

Ag 20nm
NTCDA 500 nm
Ag 10 nm
Al 50nm
PPFB-TPA (60 nm)
PPSOT/PPS
ITO (Plasma treated)

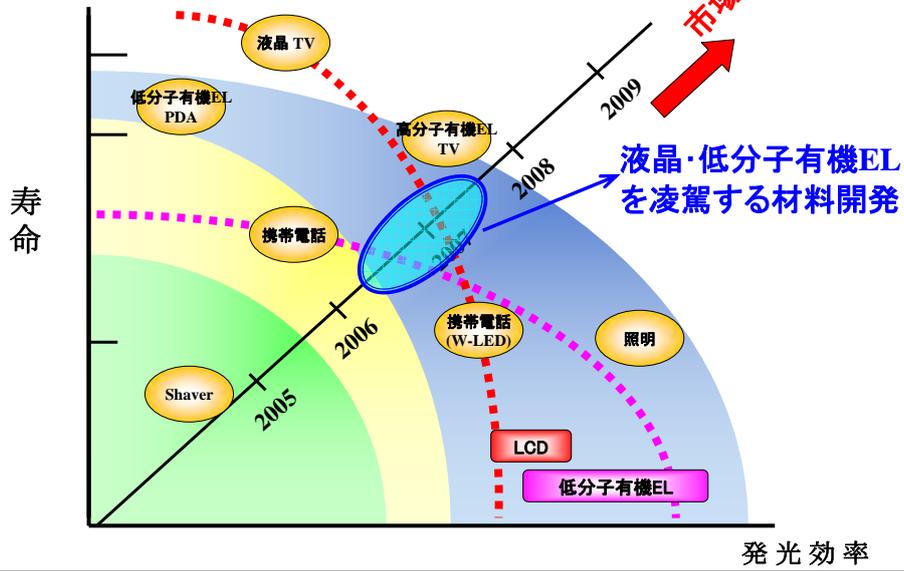


入力光に対する応答 10⁶の光電流増倍

高分子ELを用いたスタック型双方向光変換素子の素子構造と光応答特性

IV. 実用化、事業化見通しについて

高分子有機EL材料のターゲット分野



高度情報通信機器・デバイス基盤プログラム
地球温暖化防止新技術プログラム

「高分子有機EL発光材料開発プロジェクト」

(平成15年度～平成17年度 3年間)
事後評価

NEDO技術開発機構
ナノテクノロジー・材料技術開発部
2006年5月22日

I. 事業の位置付け・必要性について (NEDO 中村)

- (1) 事業の性格、NEDOが関与する意義
- (2) 高度情報通信機器・デバイス基盤プログラム
- (3) 地球温暖化防止新技術プログラムでの位置づけ
- (4) 事業の目的
- (5) 事業の意義
- (6) 実施の効果

II. 研究開発マネジメントについて (NEDO 中村)

Ⅲ. 研究開発成果について (住友化学 大西、土居、トッキ 鎌田)

IV. 実用化、事業化見通しについて(住友化学 大西、土居、トッキ 鎌田)

(1) 成果の概要

開発項目

① 高性能高分子発光材料創製技術の開発

- i) 発光効率と長寿命特性を両立する高性能高分子有機EL発光材料の開発
- ii) 高性能高分子有機EL発光材料に最適な周辺材料の設定

② 有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発

i) 最適成形加工技術の開発

ii) プロセスインテグレーションシステムの設計

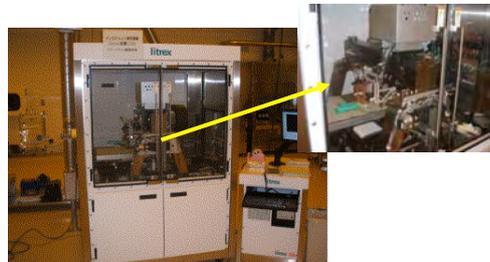
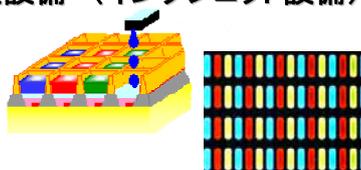
検討項目

- ① インクフォーミュレーションとインクジェット法
- ② 封止技術 … 膜封止装置の検討
- ③ 陰極形成技術 … ダメージ対策機構
- ④ マスクレス加工技術開発

デバイス製造設備 (インクジェット設備)

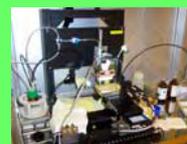


RGBインク



インクジェット塗布装置

解析装置



インクジェット液滴解析装置



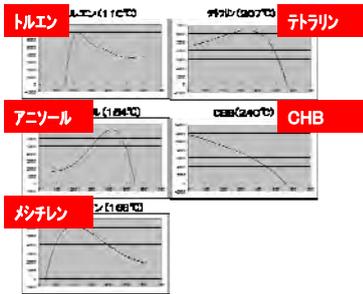
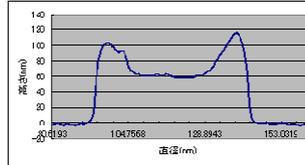
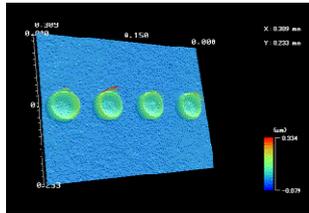
干渉式3D形状測定装置



光学式膜厚計

(1) 成果の概要

インクジェット塗布膜形状の溶媒依存性



溶媒によって、塗布膜の形状が大きく異なる

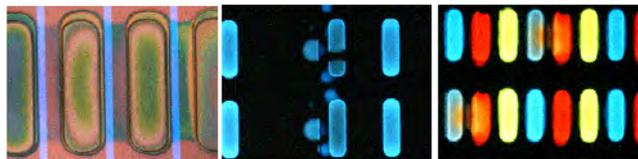


溶媒の選択が非常に重要

インク特許出願

(1) 成果の概要

インクジェットによる発光層の塗分け

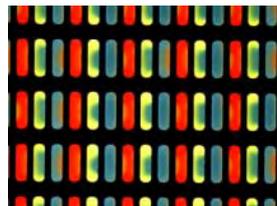


PEDOTのバンクからの溢れ 発光材料の着弾位置のずれ 発光材料の混色

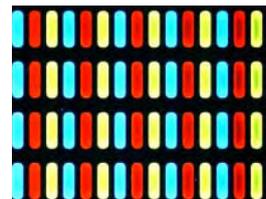
失敗例



RGBインク

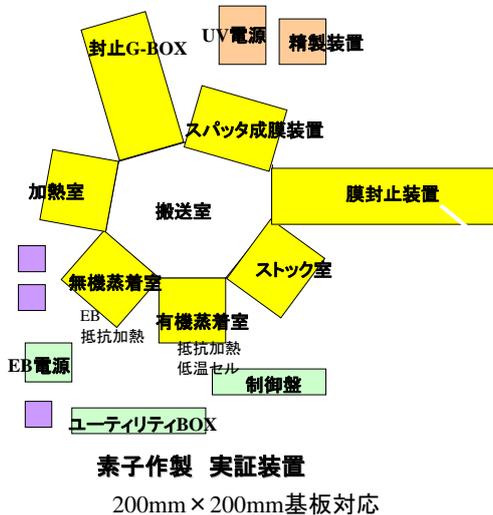


改良前



改良後

デバイス製造設備 (陰極蒸着、封止装置)



蒸着装置



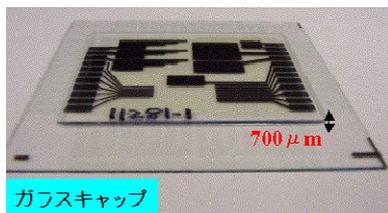
膜封止装置

(1) 成果の概要

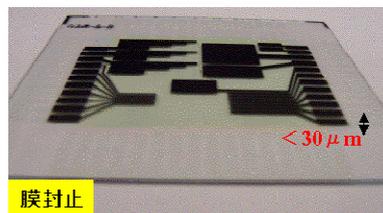
② 封止技術 膜封止



基板200mm各、
9面取りTEGパターン



ガラスキャップ



膜封止



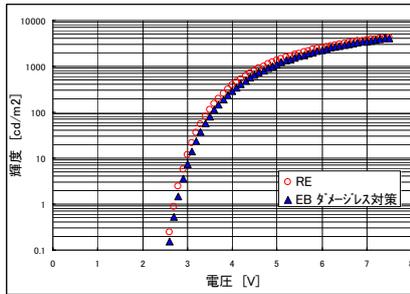
ポリマー(モノマー蒸着後UVキュア)
オキサイド(Al_2O_3)

バリア層の形成⇒有機層/無機層の多層膜

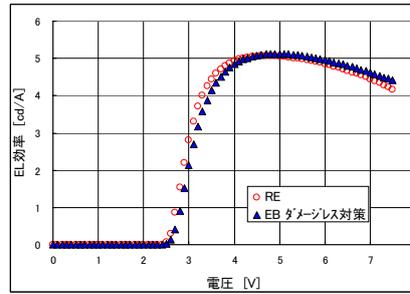
封止膜構造: オキサイド(120nm)/[ポリマー(800nm)/オキサイド(40nm)]₄

(1) 成果の概要 **陰極形成技術 …… ダメージ対策機構**

必達目標: 陰極材料を1nm~1μmの厚みで±10%の精度で2層以上形成



電圧-輝度特性

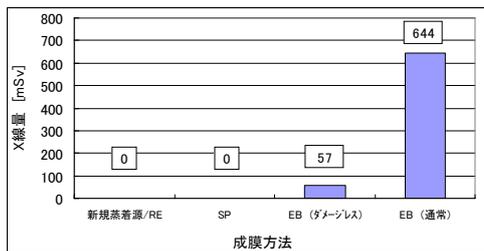


電圧-EL効率特性

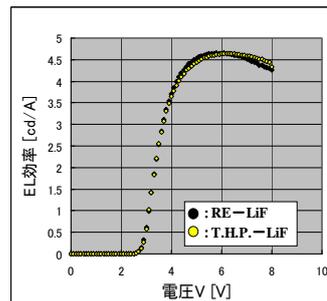
ダメージ対策機構付電子ビーム製膜法(EB)により、抵抗加熱製膜法(RE)と同等の高分子有機ELデバイス性能を確保できる事を実証した。

<特許出願 1件>

(1) 成果の概要 **X線を発生させない新規蒸発源の開発**



各種製膜法とX発生量の比較



新規蒸着源によるPLED特性

高分子有機ELに対して、全くダメージの与えない新規蒸発源を開発

新規蒸発源をアルカリ金属製膜に適用した有機EL素子を試作しダメージレス製膜が可能である事を実証した。

<特許出願 1件>

17年度春の加速財源の活用

(1) 成果の概要

各種陰極製膜法の比較

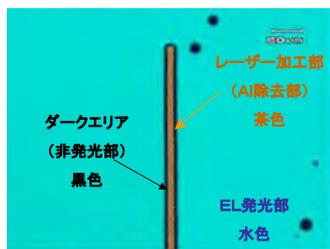
製膜法	項目	現状の陰極製膜への適応性	素子ダメージ対策			蒸着材料の供給	基板の大型化	
			X線	プラズマ	その他		第4世代(70×90cm□)	第5世代以降(100cm□以上)
抵抗加熱製膜法		○	○	○	—	△ 少容量多連式	△	△
電子ビーム蒸着法(ダメージ対策機能付)		○	△	○	—	○ 自動供給	△	△
新規蒸着源(トッキ開発品)		○	○	○	—	○ 大容量多連式	△	△
スパッタ法		△ 製膜レートが低い	○	△	要因の把握 対策実施	ターゲット交換	○	○

第4世代(70×90cm□)までの陰極製膜はダメージ対策機能付電子ビーム蒸着法とトッキ開発品の新規蒸着源で対応する。更なる基板の大型化を念頭においてスパッタ法の開発を今後加速する予定である。

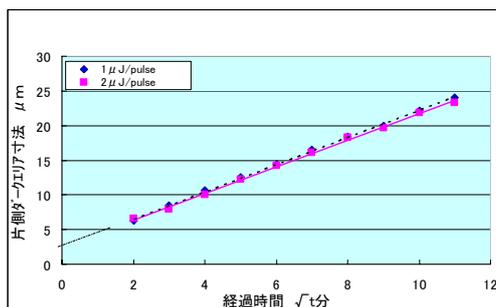
<特許出願 3件>

(1) 成果の概要

マスクレス加工技術開発: レーザー加工技術の有効性の検証



フェムト秒レーザー加工後のEL発光写真



レーザー加工後の初期ダークエリアの経時変化

ダークエリアの成長は加工終了後の経過時間の平方根に比例する。(酸素もしくは水分の拡散)

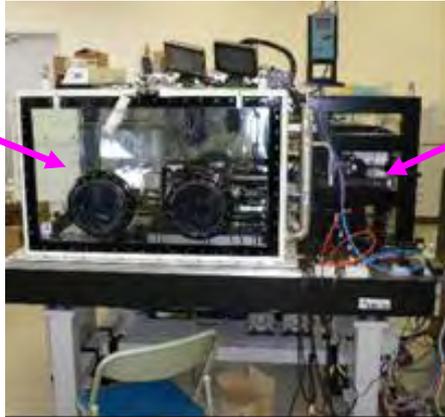
加工環境下の水及び酸素を低濃度に制御する事により、レーザーによる陰極配線加工は可能である。

<レーザーによる有機EL素子へのダメージは少ない事を確認>

(1) 成果の概要

マスクレス加工技術開発: 有機EL陰極配線形成用レーザー加工装置を開発

試料加工室
(グローブボックス)
水分、酸素濃度
1ppm以下

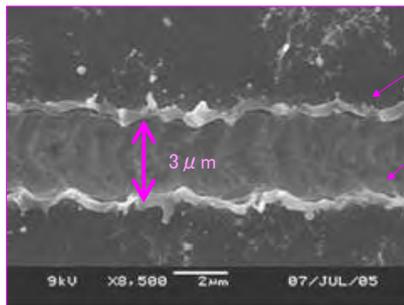


レーザー光源

有機EL素子製造用のマスクレス陰極配線加工用プロトタイプ式のフェムト秒レーザー加工装置を開発した。

(1) 成果の概要

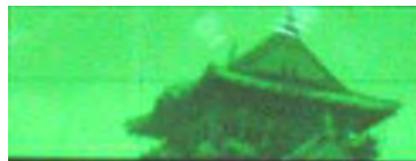
マスクレス加工技術開発: レーザー加工法による陰極配線形成の実証



レーザー加工部 SEM写真

非加工部(AI 1500 Å /有機層1200 Å /ITO1500 Å)

レーザー加工部(有機層/ITO)



レーザー法で作成したデバイス

本プロジェクトで開発したレーザーによるマスクレス加工技術が有機EL素子製造プロセスに適用できる事を実証した。

<特許出願 8件 (内:韓国1件)>

(2) 成果の普及と広報

- ・高性能高分子発光材料創製技術の開発
- ・有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発

	論文	口頭発表	特許		新聞など	サンプル展示
			国内	海外		
高分子発光材料創製技術の開発	2	8	63	14	2	2
製造プロセスでの最適成形加工技術の開発	0	2	10	1	0	6
合計	2	10	73	15	2	6*

*重複を含む

(2) 成果の普及と広報

- ・高性能高分子発光材料創製技術の開発
- ・有機ELディスプレイパネル製造プロセスでの最適成形加工技術の開発



愛知万博イベント光未来展への出展
期間：5月12日～22日



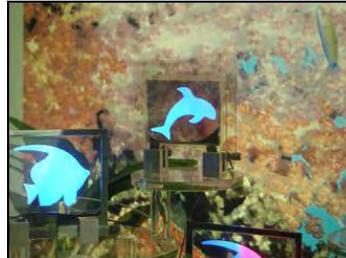
愛知万博NEDOパビリオンへの出展
期間：9月9日～25日

(1) 成果の普及と広報

トップエミッション用陰極ITO向けの用途の開発



(図) 点灯非表示時の
高分子有機EL素子パネル



(図) 点灯表示時の
高分子有機EL素子パネル

愛知万博のNEDO館前で展示

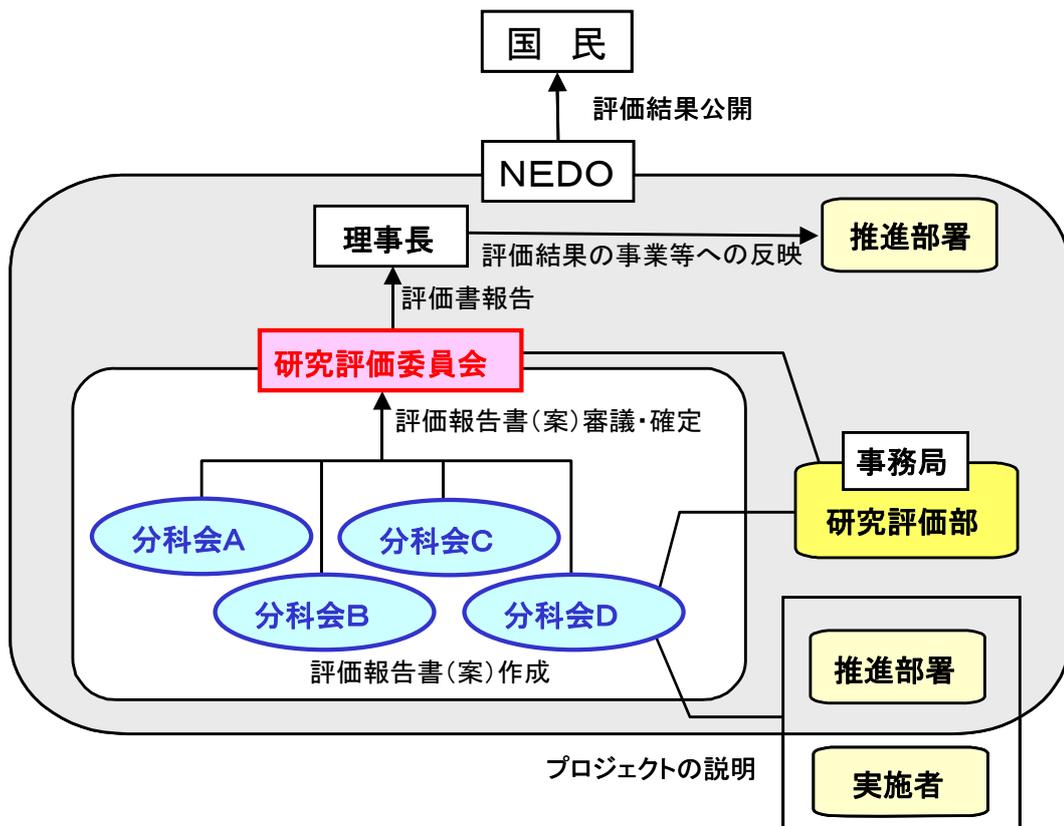
低抵抗ITO膜の確保と高分子有機EL素子ダメージの抑制に成功

参考資料 1 評価の実施方法

本評価は、「技術評価実施規程」（平成 15 年 10 月制定）に基づいて研究評価を実施する。

独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）における研究評価の手順は、以下のように被評価プロジェクト毎に分科会を設置し、同分科会にて研究評価を行い、評価報告書(案)を策定の上、研究評価委員会において確定している。

- 「NEDO 技術委員・技術委員会等規程」に基づき研究評価委員会を設置
- 研究評価委員会はその下に分科会を設置



1. 評価の目的

評価の目的は「技術評価実施規程」において、

- 業務の高度化等の自己改革を促進する。
- 社会に対する説明責任を履行するとともに、経済・社会ニーズを取り込む。
- 評価結果を資源配分に反映させ、資源の重点化及び業務の効率化を促進する。

としている。

本評価においては、この趣旨を踏まえ、本事業の意義、研究開発目標・計画の妥当性、計画と比較した達成度、成果の意義、成果の実用化の可能性等について検討・評価した。

2. 評価者

技術評価実施規程に基づき、事業の目的や態様に即した外部の専門家、有識者からなる委員会方式により評価を行う。分科会委員選定に当たっては以下の事項に配慮して行う。

- 科学技術全般に知見のある専門家、有識者
- 当該研究開発の分野の知見を有する専門家
- 研究開発マネジメントの専門家、経済学、環境問題その他社会的ニーズ関連の専門家、有識者
- 産業界の専門家、有識者

また、評価に対する中立性確保の観点から事業の推進側関係者を選任対象から除外し、また、事前評価の妥当性を判断するとの側面にかんがみ、事前評価に関与していない者を主体とする。

これらに基づき、分科会委員名簿にある7名を選任した。

なお、本分科会の事務局については、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構研究評価部が担当した。

3. 評価対象

平成15年度に開始された「高分子有機EL発光材料開発プロジェクト」を評価対象とした。

なお、分科会においては、当該事業の推進部署から提出された事業原簿、プロジェクトの内容、成果に関する資料をもって評価した。

4. 評価方法

分科会においては、当該事業の推進部室及び研究実施者からのヒアリングと、そ

れを踏まえた分科会委員による評価コメント作成、評点法による評価及び実施者側等との議論等により評価作業を進めた。

なお、評価の透明性確保の観点から、知的財産保護の上で支障が生じると認められる場合等を除き、原則として分科会は公開とし、研究実施者と意見を交換する形で審議を行うこととした。

5. 評価項目・評価基準

分科会においては、次に掲げる「評価項目・評価基準」で評価を行った。これは、研究評価委員会による『各分科会における評価項目・評価基準は、被評価プロジェクトの性格、中間・事後評価の別等に応じて、各分科会において判断すべきものである。』との考え方に従い、第1回分科会において、事務局が、研究評価委員会により示された「標準的評価項目・評価基準」（参考資料1－7頁参照）をもとに改訂案を提示し、承認されたものである。

プロジェクト全体に係わる評価においては、主に事業の目的、計画、運営、達成度、成果の意義や実用化への見通し等について評価した。各個別テーマに係る評価については、主にその目標に対する達成度等について評価した。

評価項目・評価基準

1. 事業の位置付け・必要性について

(1) NEDOの事業としての妥当性

- ・ 高度情報通信機器・デバイス基盤プログラム、地球温暖化防止新技術プログラム、省エネルギー技術開発プログラムの目標達成のために寄与しているか。
- ・ 民間活動のみでは改善できないものであること、又は公共性が高いことにより、NEDOの関与が必要とされる事業か。
- ・ 当該事業を実施することによりもたらされる効果が、投じた予算との比較において十分であるか。

(2) 事業目的の妥当性

- ・ 内外の技術開発動向、国際競争力の状況、エネルギー需給動向、市場動向、政策動向、国際貢献の可能性等から見て、事業の目的は妥当か。

2. 研究開発マネジメントについて

(1) 研究開発目標の妥当性

- ・ 内外の技術動向、市場動向等を踏まえて、戦略的な目標が設定されているか。
- ・ 具体的かつ明確な開発目標を可能な限り定量的に設定しているか。
- ・ 目標達成度を測定・判断するための適切な指標が設定されているか。

(2) 研究開発計画の妥当性

- ・ 目標達成のために妥当なスケジュール、予算（各個別研究テーマ毎の配分を含む）となっているか。
- ・ 目標達成に必要な要素技術を取り上げているか。
- ・ 研究開発フローにおける要素技術間の関係、順序は適切か。
- ・ 継続プロジェクトや長期プロジェクトの場合、技術蓄積を、実用化の観点から絞り込んだうえで活用が図られているか。

(3) 研究開発実施者の事業体制の妥当性

- ・ 適切な研究開発チーム構成での実施体制になっているか。
- ・ 安易な業界横並び体制に陥ることなく、真に技術力と事業化能力を有する企業を実施者として選定しているか。
- ・ 研究管理法人を経由する場合、研究管理法人が真に必要な役割を担っているか。
- ・ 全体を統括するプロジェクトリーダー等が選任され、十分に活躍できる環境が整備されているか
- ・ 目標達成及び効率的実施のために必要な、実施者間の連携が十分に行われる体制となっているか。
- ・ 実用化シナリオに基づき、成果の受け取り手（活用・実用化の想定者）に対して、成果を普及し関与を求める体制を整えているか。

(4) 情勢変化への対応等

- ・ 進捗状況を常に把握し、社会・経済の情勢の変化及び政策・技術動向に機敏

かつ適切に対応しているか。

- ・ 計画見直しの方針は一貫しているか（中途半端な計画見直しが研究方針の揺らぎとなっていないか）。計画見直しを適切に実施しているか。

3. 研究開発成果について

(1)目標の達成度

- ・ 成果は目標値をクリアしているか。
- ・ 全体としての目標達成はどの程度か。
- ・ 目標未達成の場合、目標達成までの課題を把握し、課題解決の方針が明確になっているか。

(2)成果の意義

- ・ 成果は市場の拡大或いは市場の創造につながることを期待できるか。
- ・ 成果は、世界初あるいは世界最高水準か。
- ・ 成果は、新たな技術領域を開拓することが期待できるか。
- ・ 成果は汎用性があるか。
- ・ 投入された予算に見合った成果が得られているか。

(3)特許等の取得

- ・ 知的財産権等（特許、著作権等）は事業戦略に沿って適切に出願されているか。
- ・ 外国での積極的活用が想定される場合、外国の特許を取得するための国際出願が適切にされているか。
- ・ 長期プロジェクトでは、権利化への努力がなされているか。

(4)成果の普及

- ・ 論文の発表は、研究内容を踏まえ適切に行われているか。
- ・ 成果の受取手（活用・実用化の想定者）に対して、適切に成果を普及しているか。また、普及の見通しは立っているか。
- ・ 一般に向けて広く情報発信をしているか。

4. 実用化、事業化の見通しについて

(1)成果の実用化可能性

- ・ 産業技術としての見極め（適用可能性の明確化）ができているか。
- ・ 実用化に向けて課題が明確になっているか。課題解決の方針が明確になっているか。

(2)事業化までのシナリオ

- ・ コストダウン、導入普及、事業化までの期間、事業化とそれに伴う経済効果等の見通しは立っているか。

(3)波及効果

- ・ 成果は関連分野への技術的波及効果及び経済的・社会的波及効果を期待できるものか。

- ・ プロジェクトの実施自体が当該分野の研究開発や人材育成等を促進するなどの波及効果を生じているか。

【標準的評価項目・評価基準の位置付け（基本的考え方）】

標準的評価項目・評価基準は、第9回研究評価委員会（平成18年3月31日付）において以下のとおり定められている。（記載例による1、2、3、4が標準的評価項目、それぞれの項目中の(1)、(2)、…が標準的評価基準、それぞれの基準中の…、…が視点）

【記載例】

1. 事業の位置付け・必要性
 - (1) NEDOの事業としての妥当性
 - ・ -----省略-----
 - (2) 事業目的の妥当性
 - ・ -----省略-----
2. 研究開発マネジメント
 - (1) -----省略-----
 - ・ -----省略-----
3. 研究開発成果
 - (1) -----省略-----
 - ・ -----省略-----
4. 実用化、事業化の見通し
 - (1) -----省略-----
 - ・ -----省略-----

ただし、これらの標準的評価項目・評価基準は、研究開発プロジェクトの中間・事後評価における標準的な評価の視点であり、各分科会における評価項目・評価基準は、被評価プロジェクトの性格、中間・事後評価の別等に応じて、各分科会において判断すべきものである。

1. 事業の位置付け・必要性について

(1) NEDOの事業としての妥当性

- ・ 特定の施策（プログラム）、制度の下で実施する事業の場合、当該施策・制度の目標達成のために寄与しているか。
- ・ 民間活動のみでは改善できないものであること、又は公共性が高いことにより、NEDOの関与が必要とされる事業か。
- ・ 当該事業を実施することによりもたらされる効果が、投じた予算との比較において十分であるか。

(2) 事業目的の妥当性

- ・ 内外の技術開発動向、国際競争力の状況、エネルギー需給動向、市場動向、政策動向、国際貢献の可能性等から見て、事業の目的は妥当か。

2. 研究開発マネジメントについて

(1) 研究開発目標の妥当性

- ・ 内外の技術動向、市場動向等を踏まえて、戦略的な目標が設定されているか。
- ・ 具体的かつ明確な開発目標を可能な限り定量的に設定しているか。
- ・ 目標達成度を測定・判断するための適切な指標が設定されているか。

(2) 研究開発計画の妥当性

- ・ 目標達成のために妥当なスケジュール、予算（各個別研究テーマ毎の配分を含む）となっているか。
- ・ 目標達成に必要な要素技術を取り上げているか。
- ・ 研究開発フローにおける要素技術間の関係、順序は適切か。
- ・ 継続プロジェクトや長期プロジェクトの場合、技術蓄積を、実用化の観点から絞り込んだうえで活用が図られているか。

(3) 研究開発実施者の事業体制の妥当性

- ・ 適切な研究開発チーム構成での実施体制になっているか。
- ・ 安易な業界横並び体制に陥ることなく、真に技術力と事業化能力を有する企業を実施者として選定しているか。
- ・ 研究管理法人を経由する場合、研究管理法人が真に必要な役割を担っているか。
- ・ 全体を統括するプロジェクトリーダー等が選任され、十分に活躍できる環境が整備されているか。
- ・ 目標達成及び効率的実施のために必要な、実施者間の連携 and/or 競争が十分に行われる体制となっているか。
- ・ 実用化シナリオに基づき、成果の受け取り手（活用・実用化の想定者）に対して、成果を普及し関与を求める体制を整えているか。

(4) 情勢変化への対応等

- ・ 進捗状況を常に把握し、社会・経済の情勢の変化及び政策・技術動向に機敏

かつ適切に対応しているか。

- ・ 計画見直しの方針は一貫しているか（中途半端な計画見直しが研究方針の揺らぎとなっていないか）。計画見直しを適切に実施しているか。

3. 研究開発成果について

(1)目標の達成度

- ・ 成果は目標値をクリアしているか。
- ・ 全体としての目標達成はどの程度か。
- ・ 目標未達成の場合、目標達成までの課題を把握し、課題解決の方針が明確になっているか。

(2)成果の意義

- ・ 成果は市場の拡大或いは市場の創造につながることを期待できるか。
- ・ 成果は、世界初あるいは世界最高水準か。
- ・ 成果は、新たな技術領域を開拓することが期待できるか。
- ・ 成果は汎用性があるか。
- ・ 投入された予算に見合った成果が得られているか。

(3)特許等の取得

- ・ 知的財産権等（特許、著作権等）は事業戦略に沿って適切に出願されているか。
- ・ 外国での積極的活用が想定される場合、外国の特許を取得するための国際出願が適切にされているか。
- ・ 長期プロジェクトでは、権利化への努力がなされているか。

(4)成果の普及

- ・ 論文の発表は、研究内容を踏まえ適切に行われているか。
- ・ 成果の受取手（活用・実用化の想定者）に対して、適切に成果を普及しているか。また、普及の見通しは立っているか。
- ・ 一般に向けて広く情報発信をしているか。

4. 実用化、事業化の見通しについて

(1)成果の実用化可能性

- ・ 産業技術としての見極め（適用可能性の明確化）ができているか。
- ・ 実用化に向けて課題が明確になっているか。課題解決の方針が明確になっているか。

(2)事業化までのシナリオ

- ・ コストダウン、導入普及、事業化までの期間、事業化とそれに伴う経済効果等の見通しは立っているか。

(3)波及効果

- ・ 成果は関連分野への技術的波及効果及び経済的・社会的波及効果を期待できるものか。
- ・ プロジェクトの実施自体が当該分野の研究開発や人材育成等を促進するなどの波及効果を生じているか。

※ 基礎的・基盤的研究及び知的基盤・標準整備等の研究開発の場合は、以下の項目・基準による。

* 基礎的・基盤的研究開発の場合

4. 実用化の見通しについて

(1)成果の実用化可能性

- ・ 実用化イメージ・出口イメージが明確になっているか。
- ・ 実用化イメージ・出口イメージに基づき、開発の各段階でマイルストーンを明確にしているか。それを踏まえ、引き続き研究開発が行われる見通しは立っているか。

(2)波及効果

- ・ 成果は関連分野への技術的波及効果等を期待できるものか。
- ・ プロジェクトの実施自体が当該分野の研究開発や人材育成等を促進するなどの波及効果を生じているか。

* 知的基盤・標準整備等の研究開発の場合

4. 実用化の見通しについて

- ・ (1)成果の実用化可能性
- ・ 知的基盤、標準整備に対する公共的な需要が実際にあるか、その見込みはあるか。
- ・ 公共財として知的基盤を供給、維持するための体制は整備されているか、その見込みはあるか。J I S化、国際規格化等、標準整備に向けた対応は図られているか、その見込みはあるのか。一般向け広報は積極的になされているか。

(2)波及効果

- ・ 成果は関連分野への経済的・社会的波及効果等を期待できるものか。
- ・ プロジェクトの実施自体が当該分野の研究開発や人材育成等を促進するなどの波及効果を生じているか。

参考資料 2 評価に係る実施者意見

研究評価委員会（分科会）は、評価結果を確定するに当たり、あらかじめ当該実施者に対して評価結果を示し、その内容が、事実関係から正確性を欠くななどの意見がある場合に、補足説明、反論などの意見を求めた。研究評価委員会（分科会）では、意見があったものに対し、必要に応じて評価結果を修正の上、最終的な評価結果を確定した。

評価結果に対する実施者意見は全て反映された。

本研究評価委員会報告は、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO技術開発機構）研究評価部が委員会の事務局として編集しています。

平成18年9月

NEDO技術開発機構

研究評価部

部長 笹岡 賢二郎

主幹 高松 秀章

担当 森本 和夫

* 研究評価委員会に関する情報はNEDO技術開発機構のホームページに掲載しています。

(<http://www.nedo.go.jp/iinkai/kenkyuu/index.html>)

〒212-8554 神奈川県川崎市幸区大宮町1310番地

ミューザ川崎セントラルタワー(20F)

TEL 044-520-5161 FAX 044-520-5162