P 1 0 0 2 9

平成27年度実施方針

電子・材料・ナノテクノロジー部

1. 件 名: (大項目) 次世代材料評価基盤技術開発(旧:次世代グリーン・イノベーション評価基盤技術開発)

2. 根拠法

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項第一号イ及びニ

3. 背景及び目的・目標

本事業では、次世代化学材料に関する評価基盤として、材料メーカーおよびユーザーが共通して活用できる材料評価手法を開発する。

材料開発に関して両者間のコミュニケーションが活発になれば、材料を使用するユーザー視点のノウハウを材料メーカーも蓄積できるようになり、材料メーカーからユーザーへのソリューション提案力も強化される。

本事業で開発する材料評価手法は、材料メーカーとユーザーとの間のコミュニケーションを活発化する手段として、事業終了後も双方が継続して活用できるものを目指す。

本事業の対象としては、次世代の省エネルギー、創エネルギー技術として期待が大きく、今後の需要拡大が予想されている有機エレクトロニクス材料のうち、以下に示す有機EL材料及び有機薄膜太陽電池材料とする。

【有機EL材料】

有機ELは我が国において世界に先駆けて開発され、現在も研究開発の最先端にある分野であり、省エネルギー型ディスプレイや次世代の照明として大きな期待が寄せられている。有機EL市場は年々拡大しており、ガラス基板を用いるものとフレキシブル基板を用いるものを併せて平成30年に数兆円市場まで成長すると見込まれている。

有機ELを構成する材料である、発光材料、電子・ホールの注入・輸送層材料、基板フィルム、バリア材料、接着剤等は、我が国の材料メーカーが技術的には優位性を持っているが、近年競争が激化しており、この優位性を維持・発展させ、早期に実用化していくことが重要となっている。

【有機薄膜太陽電池材料】

再生可能エネルギーとして市場が急激に拡大している太陽電池の中で、有機薄膜太陽電池は、 従来の太陽電池と比較して軽量化や低コスト化の面で優位性があるため実用化・普及が期待され ている。

有機薄膜太陽電池に必要とされる有機半導体材料、基板フィルム、バリア材料、接着剤等とい

った材料は、技術的に我が国の材料メーカーが優位性を持っている。したがって、この分野での 優位性を維持・発展させ、早期に実用化していくことが重要となっている。

本事業においては、委託事業として、以下の研究開発を実施する。なお、必要に応じて関連分野の調査を行う。

研究開発項目① 有機EL材料の評価基盤技術開発(平成22~28年度)

【中間目標】(平成25年度末)

ガラス基板およびフレキシブル基板を用いた基準素子、性能評価、寿命評価等有機ELの材料 評価に必要な技術を開発し、材料評価手法確立の見通しを得る。

【最終目標】(平成28年度末)

有機EL材料に関し、材料メーカーおよび材料を使って製品化を行うユーザーが共通して活用できる基準素子、性能評価、寿命評価等材料評価手法を確立する。

研究開発項目② 有機薄膜太陽電池材料の評価基盤技術開発(平成25~29年度)

【中間目標】(平成27年度末)

ガラス基板およびフレキシブル基板を用いた基準素子、性能評価、寿命評価等有機薄膜太陽電 池の材料評価に必要な技術を開発し、材料評価手法確立の見通しを得る。

【最終目標】(平成29年度末)

有機薄膜太陽電池材料に関し、材料メーカーおよび材料を使って製品化を行うユーザーが共通 して活用できる基準素子、性能評価、寿命評価等材料評価手法を確立する。

4. 実施内容及び進捗(達成)状況

4. 1 平成22~26年度(委託)事業内容

次世代化学材料評価技術研究組合 理事/研究部長 富安 寛氏をプロジェクトリーダーとし、以下の研究開発を実施した。

4.1.1 研究開発項目①「有機EL材料の評価基盤技術開発」

平成22年度には、下記を実施した。

(平成22年度)

基本計画に基づき委託先を公募し、応募のあった提案について外部有識者による事前 審査を行った。契約・助成審査委員会を経て委託先を決定して、研究開発を開始した。

平成23~26年度には、以下の研究開発を実施した。

①-1 有機EL素子用材料評価・標準化技術の開発

実施体制:次世代化学材料評価技術研究組合(以下「CEREBA」という。)、〈共同 実施先:山形大学〉)

(平成23年度)

同じ材料を使用しかつ同じ単色有機EL素子構成を規定し(単色基準素子の策定)、4ケ所(2大学、組合会社、外部機関)で評価を実施。効率や寿命で有意な違いがみられたが、原因は基板処理や封止、発光面積が主因であることが判明した。デバイス実装を想定した評価用の白色有機EL素子に関し基本構成を検討した。

(平成24年度)

ガラス基板上の基準素子を策定した。これらの単色・白色基準素子を活用し、信頼性の高い初期/駆動性能評価技術を開発して、製造プロセス由来の変動要因の抽出とその対応を進めた。さらにフィルム基板上の有機EL素子に適用できる性能評価技術の開発を目指し、その技術課題の抽出を行った。

また、連続フィルム真空蒸着製造プロセスの技術課題(フィルム表面処理、成膜、 封止方法、プロセス雰囲気等)を抽出し、抽出課題の解決手法を明確化するとともに、 連続フィルム塗布製造プロセスについても検討を開始した。

デバイス実装時における評価解析としては、ボトムエミッション構造の白色素子において、色温度、発光効率、駆動寿命のそれぞれを材料との相関から関係性を整理した。有機ELユニットを多段積層した、マルチフォトンエミッション型有機EL素子構造を確立するため、単色素子において材料種や層構成が素子特性に与える影響を明らかにした。これを白色素子へも展開し、電荷発生層に加え各ユニット間での発光色の組み合わせが、色温度、発光効率、駆動寿命へ与える影響を明らかにし、課題を整理・抽出した。

(平成25年度)

ガラス基板単色・白色基準素子を活用し、初期/駆動性能評価技術及び新規な配光特性評価技術を用い、光束維持特性の駆動寿命を短期かつ高精度で予測する手法を開発した。フィルム基板上の有機EL素子に適用できる性能評価技術として、ガラス基板基準素子での性能評価手法に、フィルム基板特有の機械的性能評価等を追加した。これらのまとめとして評価実務書を作成した。

ガラス基板上の基準素子については妥当性評価として外部機関作製素子との特性比較実験を実施し、フィルム基板上の基準素子については新たに策定した。これらのまとめとして素子作製手順書を作成した。

材料のプロセス適合性評価として、連続フィルム塗布製造プロセスの技術課題の抽出を行うとともに、有機ELに不可欠と言われている超ハイバリア性能(水蒸気バリア性が 10^{-5} g/m²/day 以下)を有するフィルムや耐熱基板等のバリア材料物性と有機EL素子性能との相関を明確にする評価技術開発のための装置導入を行い、検討を開始した。

(平成26年度)

ガラス基板白色基準素子の高性能化を検討し、28lm/W, LT70=10,000h@3,000cd/m2

(光学フィルム使用→輝度 1.5 倍として計算)を達成した。また、大面積素子 (30mm 角発光, 市販有機 EL 照明パネル) の性能評価手法を確立し、配光装置・積分球間の全光束測定でわずかな誤差で測定できることを確認した。更に駆動寿命短期予測検討を行い、1/40 の測定時間で±15%以内の精度で寿命予測できた。

フィルム基板上の基準素子を活用し、特に水蒸気バリア性能と素子寿命の相関を把握することで、水蒸気バリア性が $10^{-2}\sim10^{-5}$ g/m²/day の範囲におけるフィルム特有の環境加速劣化特性の評価手法を確立した。

材料のプロセス適合性評価として、連続フィルム製造プロセスの技術課題の解決のための検討を行うと共に、超ハイバリア性能(水蒸気バリア性が 10⁻⁵g/m²/day 以下)を有するフィルムや耐熱基板等のバリア材料物性と有機EL素子性能との相関を明確にする評価技術の開発を進めた。

①-2 有機EL材料基礎解析及び評価技術の開発

(実施体制: CEREBA、共同実施先〈九州先端科学技術研究所、九州大学〉) (平成23年度)

各種劣化機構の解析手法の検討を行い、インピーダンス分光法が劣化層の切分けに関し有力な手法と判明し、次年度継続して検討することとした。バリアフィルムの気体阻止性能の各種評価法を外部で実施比較したが、同一品で数値が異なり国際標準化の上でも評価法の確立が急務と判明した。

(平成24年度)

和周波分光技術(SFG)が素子劣化評価に有効であることを確認した。SFG、インピーダンス分光法等について、計測精度の向上を図るとともに素子効率・寿命の変動要因の解析を行った。また熱刺激電流法の開発に着手し、駆動時の劣化解析手法として次年度にも引き続き検討を実施することを決定した。さらに劣化加速要因の1つである熱の定量化を図るため熱物性評価技術を新たに導入し、劣化解析手法としての有効性を確認した。

水蒸気バリア性評価に関しては、高感度評価法の開発を進め、技術課題を明らかに した。さらに、バリア性と素子性能の相関を調べるために用いる、バリアフィルムと 封止材を組み合わせたブランクセルの構造を提案し、バリア性評価の実例を示した。

(平成25年度)

和周波分光法、インピーダンス分光法を用い、有機ELを構成する薄膜層及び界面の 状態変化を特定する非破壊評価法を開発した。また熱刺激電流法については、安定な計 測技術確立のための課題抽出を実施した。

水蒸気バリア性評価に関しては、原理の異なる評価手法の相関を明確にし、 10⁻⁴g/m²/day レベルの水蒸気バリア性の客観的評価が可能な評価技術を開発した。

(平成26年度)

非破壊解析を基盤にした劣化解析手法を開発し、和周波分光法では劣化前後で電子輸送材料の自発分極が変化する事を実測、インピーダンス分光法では多層 EL 素子の移動度を劣化前後で測定できる技術を開発した。また、次世代の有機 EL 素子として注目を集めている TADF (熱活性化遅延蛍光)素子の解析に着手し、熱刺激電流法により劣化前後のトラップ変化を観測、過渡吸収分光法では、1 重項励起状態と3 重項励起状態のエネルギー移動に中間状態があることを見出した。

水蒸気バリア性評価に関しては、10⁻⁶g/m²/day レベルの客観的評価手法確立に向けて、 参照試料の構造および試験条件を改良し 10⁻⁶g/m²/day レベルの水蒸気バリア性評価の系 統的な実施例を得た。接着層のバルクおよび界面から侵入する水蒸気量や透過速度を評 価する要素技術を確立した。

4.1.2 研究開発項目②「有機薄膜太陽電池材料の評価基盤技術開発」

平成25~26年度には、以下の研究開発を実施した。

②-1 有機薄膜太陽電池材料評価技術の開発

(実施体制: CEREBA、共同実施先〈山形大学、九州先端科学技術研究所、九州大学〉)

(平成25年度)

ガラス基板基準セル作製環境を整備し、順構成のガラス基板基準セルの設計指針を得るとともに、複合劣化手法開発の課題の抽出を行った。また、バリアフィルムの酸素透過度測定手順の中で測定値に影響を与える因子を明らかにすべく、測定原理の異なる3つ以上の装置で測定を実施し、測定における技術課題の抽出を行った。

(平成26年度)

バルクへテロ型で標準的に用いられている順構成をふくむ、5 種のガラス基板基準 セルを作製する手法を確立し、その技術を基に、フレキシブル基板上での基準セルの 作製手法の検討を開始し、課題の抽出を行った。

安定的に所定の評価性能を実現するペロブスカイト構造のハイブリッド材料基準セルの設計指針を確立した。

水分や酸素の影響による劣化の定量的評価を実施した。

バリア性評価に関しては、25 年度得られたバリアフィルムの酸素透過度測定における技術課題を解決すると共に、異なる湿度環境での酸素透過度の変化を測定し、水蒸気透過度測定と組み合わせることで、酸素透過度 10⁻¹cc/m²/day/atm および水蒸気透過度 10⁻³g/m²/day のレベルで、同一サンプルで酸素透過度および水蒸気透過度を定量的に測定可能なバリア性評価技術を確立した。

②-2 使用環境別試験方法の検討

(実施体制: CEREBA)

(平成25年度)

有機薄膜太陽電池の特長を活かした様々な使用環境の調査を行い、課題抽出を実施した。

(平成26年度)

従来の各種劣化促進試験の調査および追試験による課題の抽出を行った。

また、Multi-SUN の光による加速寿命劣化の相関データを測定することによる、バルクヘテロ型およびペロブスカイト型の有機太陽電池の光加速寿命評価手法の課題を抽出した。

26 年度新規に導入した絶対値分光感度測定装置による各種環境における基礎データを取得した。

②-3 基礎物性評価技術の開発

(実施体制: CEREBA、共同実施先<京都大学、九州先端科学技術研究所、九州大学>)

(平成25年度)

エネルギー順位状態評価技術の開発として、標準的な有機半導体のHOMO測定から測定時の課題を抽出した。電荷トラップ状態評価技術の開発として、評価解析における課題を抽出した。キャリア状態解析技術の開発として、過渡吸収分光を用いたキャリア種の同定、生成量の定量、寿命評価等の要素技術を確立した。

(平成26年度)

有機半導体のHOMO測定技術の確立を行った。また、LUMO測定のための逆光電子分光装置の導入を行い、LUMO測定におけるプローブ光によるダメージの問題やエネルギー準位測定値の決定方法など、測定時の課題を抽出すると共に、ペロブスカイト用太陽電池の試料組成および、劣化による試料組成変化の解析技術を確立した。光劣化とキャリアダイナミックスの相関評価技術を確立し、古典型バルクヘテロ素子においては可逆劣化の主要因がトラップであることが示唆された。

4. 2 実績推移

	22年度	23年度	2 4 年度	25年度	26年度
実績額推移					
一般勘定(百万円)	0	1, 202	1, 200	8 3 5	0
需給勘定 (百万円)	0	0	0	0	1 1 4 5
特許出願件数 (件)	0	0	0	2	7
論文発表数 (報)	0	0	3	1	2
フォーラム等 (件)	0	1	4	4	6

5. 事業内容

5. 1 平成27年度(委託)事業内容

次世代化学材料評価技術研究組合 理事/研究部長 富安 寛氏をプロジェクトリーダーと し、以下の研究開発を実施する。実施体制については、別紙を参照のこと。また、本事業の運 営等に活用するため必要に応じて調査を行う。

5. 1. 1 研究開発項目①「有機EL材料の評価基盤技術開発」 具体的には、以下の項目を実施する。

①-1 有機EL素子用材料評価・標準化技術の開発

(実施体制: CEREBA、〈共同実施先:山形大学、金沢工業大学、北陸先端科学技術大学院大学〉)

寿命短期予測手法開発では、大面積白色素子の寿命予測技術開発を進める。更に、市 販有機 EL パネルの駆動寿命評価を進め、現状把握を行うと共に、寿命予測の加速条件 の見極め等に適用する。また、単色・白色基準素子の作製手順書、評価実務書を完成さ せる。

フィルム基板素子特有の環境劣化特性の評価手法を活用し、実用素子構造を見据えた 評価技術を完成する。

材料のプロセス適合評価として、連続フィルム製造プロセスに特有の性能劣化要因を 検証し、プロセスの影響を受けない材料評価技術を確立する。

①-2 有機EL関連材料基礎解析及び評価技術の開発

(実施体制: CEREBA、共同実施先〈九州先端科学技術研究所、九州大学、早稲田大学〉)

緑色燐光基準素子の劣化解析は、今まで行ってきた各種開発手法での検討結果より、構造変化を実測し、劣化原因の特定を目指す。また、TADF素子の解析も進め、熱活性化遅延蛍光のメカニズム解明を進める。これらの解析手法に関しても評価実務書を作成する。

水蒸気バリア性評価に関しては、10⁻⁶g/m²/day レベルで信頼性の高い水蒸気バリア性評価技術を確立する。また、ブランクセルを活用し、接着材と有機 EL 材料の積層構造

を透過する水蒸気量を把握できる評価法を確立する。

上記研究開発と併せて、事業終了後の材料評価サービスのビジネスモデルを構築し、研究開発成果を実用化するための体制を整えるため、組合員とユーザーの共通のものさしとして組合員に提供する素子作製手順書,評価実務書からユーザーが素子作製する為に必要な項目を抽出したユーザー向け評価書を作成する。それとともに、外部研究機関委託を進めプロジェクト終了後の活用を目指す。

①-3 有機EL材料に関わる照明環境の生理的・心理的効果の評価技術の開発 (実施体制:CEREBA、〈共同実施先:獨協医科大学、東京理科大学、九州大学大学 院人間環境学研究院、名古屋市立大学〉)

従来の有機ELの光学的評価に加え、照明環境の生理的・心理的効果の評価技術の開発を行う。有機ELの特長として言われる「人に優しい光」という部分に、学術的にメスを入れる。人にとって優しい光、すなわち人のリラックス度、生体へのストレスなどを、光源の波長や波長分布等を変えて、医学的手法で測定することで、これを分光波長と相関付ける。分光波長は材料の化学構造によって決まる。すなわち医学的評価と光学的評価を組み合わせることで、人に優しい有機EL材料の評価基盤を確立する。

具体的には、照明空間を記述する新しいパラメータを提案し、照明色やスペクトルの違いが心理的・生理的に及ぼす影響を、医学的手法等を用いて定量的に評価する方法を確立する。さらに、この評価結果と材料との相関を明らかにする。

- 5.1.2 研究開発項目②「有機薄膜太陽電池材料の評価基盤技術開発」 具体的には、以下の項目を実施する。
 - ②-1 有機薄膜太陽電池材料評価技術の開発

(実施体制: CEREBA、共同実施先〈山形大学、九州先端科学技術研究所、九州大学〉)

バルクヘテロ型逆構成基準セルおよび、安定的に所定の評価性能を実現するペロブスカイト構造のハイブリッド材料基準素子作製手法の確立を行う。

また、フレキシブル基板を用いたバルクへテロ型およびペロブスカイト型基準セルの 安定的な作製手法の確立を行うと共に、光・熱の影響に関するセル複合劣化評価手法の 確立および、フレキシブル基板上の基準セル特有の機械物性評価手法の課題抽出を行う。

バリアフィルム関連では酸素透過度 10⁻²cc/m²/day/atm および水蒸気透過度 10⁻³ g/m²/day のレベルで、酸素透過度及び水蒸気透過度を定量的に区別可能なバリア性評価技術の確立を行う。

②-2 使用環境別試験方法の検討

(実施体制: CEREBA)

有機薄膜太陽電池の劣化機構に基づく寿命評価条件の最適化および、光照射試験、耐熱試験等の有機薄膜太陽電池特有の寿命支配因子の抽出を行い、想定使用環境下における太陽電池性能評価方法および Multi-SUN の光による劣化促進試験方法の要素技術の

確立を行う。

また、絶対値分光感度測定装置による各種環境における基礎データと性能評価試験方法との関連付けによる、共通評価基盤としての評価方法・試験方法の確立を行う。

②-3 基礎物性評価技術の開発

(実施体制: CEREBA、共同実施先<京都大学、九州先端科学技術研究所、九州大学>)

エネルギー準位状態評価技術の開発として有機半導体のLUMO測定によるデータ蓄積及び評価技術の確立を行い、加えてHOMO及びLUMOのその場測定の課題抽出を行うと共に、ペロブスカイト型太陽電池材料のUPS,IPES測定技術の確立を行う。

キャリア状態の解析技術の開発として熱劣化とキャリアダイナミクスの相関評価技 術の確立を行う。

5. 2 平成27年度事業規模(予定)

需給勘定 1057百万円(委託)

※事業規模については、変動があり得る。

6. その他重要事項

(1)評価

NEDOは、(1)事業の位置付け・必要性、(2)研究開発マネジメント、(3)研究開発成果、(4)実用化に向けての見通し及び取り組みの4つの評価項目について、研究開発テーマ(研究開発項目①、②)毎に外部有識者による中間評価及び事後評価を以下のとおり実施する。

研究開発項目①有機EL材料の評価基盤技術開発

事後評価を平成28年度に実施する。(中間評価は平成25年度に実施済み)

研究開発項目②有機薄膜太陽電池材料の評価基盤技術開発

中間評価を平成27年度、事後評価を平成30年度に実施する。

なお、中間評価結果を踏まえ、必要に応じて事業の加速・縮小・中止等、見直しを迅速に 行う。評価の時期については、当該技術開発に係る技術動向、政策動向や当該技術開発の進 捗状況等に応じて、前倒しする等、適宜見直すものとする。

(2) 運営·管理

研究開発全体の管理・執行に責任を有するNEDOは、経済産業省および研究開発実施者と密接な関係を維持しつつ、本事業の目的および目標に照らして適切な運営管理を実施する。 具体的には、必要に応じて設置されるプロジェクト推進委員会等における外部有識者の意見を運営管理に反映させる他、随時、プロジェクトの進捗について報告を受けること等により進捗の確認及び管理を行うものとする。また、必要に応じて、ユーザーとの連携を促す等、成果の早期達成が可能になるよう努める。

(3) 複数年契約の実施

研究開発項目①「有機EL材料の評価基盤技術開発」

平成22~27年度の複数年契約を行う。

研究開発項目②「有機薄膜太陽電池材料の評価基盤技術開発」

平成25~27年度の複数年契約を行う。

(4) 知財マネジメントにかかる運用

NEDOは、本事業実施後の実用化に向けた出口戦略を構築・実現するために、知的財産権の取得及びその実施に係るルール、知的財産権について協議する委員会の体制等の整備を求めるなどして、事業を実施する。

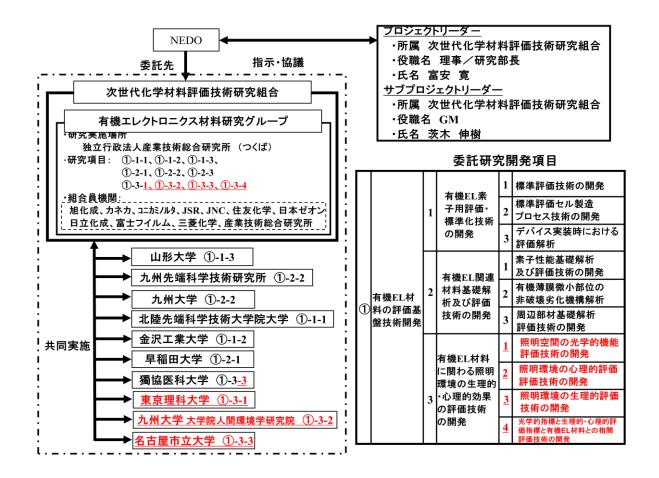
7. 実施方針の改定履歴

- (1) 平成27年3月、制定
- (2) 平成27年5月、平成27年度事業内容の一部追加、共同実施先追加に伴う改定(研究開発項目①)
 - (3) 平成27年5月、共同実施先追加に伴う改定(研究開発項目②)
 - (4) 平成27年5月、開発成果創出促進制度適用による事業規模の変更に伴う改定
 - (5) 平成27年7月、共同実施先追加に伴う改定(研究開発項目①)
 - (6) 平成27年11月、研究開発項目①の期間延長に伴う改定

(別紙)

「次世代材料評価基盤技術開発」

研究開発項目①「有機EL材料の評価基盤技術開発」実施体制



「次世代材料評価基盤技術開発」

研究開発項目②「有機薄膜太陽電池材料の評価基盤技術開発」実施体制

