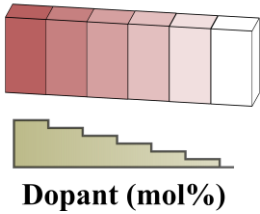
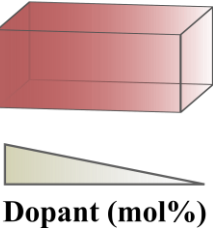


研究成果報告書

研 究 題 目		イオン液体を場とした機能性傾斜材料作製法の確立	実 施 年 度
			2024 年度
代 表 研 究 者	所 属	宇部工業高等専門学校	
	氏 名	藤 林 将	印
1. 研究の目的・背景 本研究では、イオン液体を用いたプロトン伝導型イオンダイオードの開発を目指し、機能性傾斜材料（FGMs）プロセスの確立とそれらの電気化学特性評価に取り組んだ。 ダイオードは電子機器に欠かすことのできない主要な電子部品であり、一般的にはP型半導体とN型半導体の接合により形成される。現在は大量生産することでコストを抑えて流通している一方で、特殊な装置や高熱処理工程を必要とするため限られた環境でのみ作製可能である。そこで本研究では室温で液体であるイオン性化合物“イオン液体”に注目し、実験室レベルで作製可能なイオンダイオードの開発を目指した。具体的にはイオン液体の伝導性を制御する要素として、イオン液体にドーパントを混入させた。ドーパントの比を変えた材料を直列に連結させることで、徐々に組成が変化する FGMs 機構を確立すれば、伝導性の整流効果を生じダイオードライクな伝導性を示すと期待した。当該研究では2つの研究目標を掲げ（①FGMs 作製プロセスの確立、②作製した FGMs の電気化学特性評価）、研究室で所有している装置を用い研究に取り組んだ。尚、当該研究において主となる伝導機構にはプロトン伝導型の機構を想定している。 Mixed solvent of ILs and Dopant  FGMs  1. Heating [Diffusion] 2. Cooling [Stabilization] 図 1. イオン液体を用いた FGMs の作製プロセス。			

2. 研究成果及び考察（申請時の計画に対する達成度合を織込む）

研究期間内において残念ながら FGMs 機構の確立には至らなかった。最たる原因としてドーパント試料が高真空中にてイオン液体から脱離することが原因である。それぞれの研究目標項目に分けて、結果を以下に記載した。

研究目標①：FGMs 作製プロセスの確立

申請書に記載したイオン液体（Choline/Tf₂N：以降 ILs-1 とする）および、ドーパントを用い材料作製をおこなった。作製した材料については ¹H-NMR 測定からドーパント混在比を求め、DSC 測定から融点などの熱特性を評価した。DSC 測定より、ドーパントを混在させた試料では ILs およびドーパントのどちらとも異なる温度領域にて相転移現象（液体⇄固体）が観測され、資料内においてドーパントが独立しているのではなく、分子レベルで混在していることが示唆された。そこで、次段階として各種混在比の試料に対して電気化学特性を実施した。

研究目標②：作製した FGMs の電気化学特性評価

電気化学特性は研究室で所有しているクライオスタットシステムおよび LCR メータ等の設備を利用し、高真空中で温度依存性評価を実施した。測定結果の抜粋として、ILs-1 について評価したインピーダンス測定の結果を図 2 に示した。測定は昇温過程において実施しており、ILs-1 は固体状態で評価している。図 2 より、ILs-1 は周波数変化に対して直線に変化する傾向が得られ、今回の測定領域ではキャパシタのようにふるまうことが示唆された。そこで次に、ドーパントを混在させた試料において、測定を実施したところ、良質なデータを得ることができなかった。測定後の試料を観察したところ、試料セル内で空隙が観測され、ドーパント試料が高真空条件で揮発していることが明らかになった。そこで測定方法及び材料の選定から再検討を実施した。

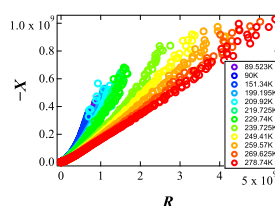


図 2. ILs-1 のインピーダンス測定結果。

【追加研究項目】測定環境の改善および材料検討

今回の実験結果において、ドーパント試料の揮発が原因として FGMs 機構を確立することができなかった。そこで、初動として高真空を必要としない想定環境の構築を目指した。しかしながら、低温領域（イオン液体を固化させるため室温以下で測定する必要がある）の測定では空気中の水分により結露を引き起こし、電気測定結果への悪影響が懸念される。そこで研究室で所有しているペルチェ素子および 3D プリンターを利用し、N₂ 雰囲気下で制御可能な“結露しない温度可変測定環境”の構築を目指した。実際に開発した測定環境の写真について次ページの図 3 に示した。

図3に示した機構により、ペルチェ素子上部には霜が生成している一方で、N₂ フロー箇所には霜が発生しておらず、高真空環境を必要としない評価用環境システムの構築に成功した。一方で、“揮発する”というドーパントの特性は実用化を想定した際にデメリットとして歩留まり低下や保護膜用プロセスの導入などの懸念が残る。そのため、揮発性の低く、ILs-1 と分子構造の似ているイオン液体をドーパントして混在させることで上記の課題解決に取り組んだ。具体的には **Choline** のヒドロキシ基をメチル基へと置換し、プロトン伝導性の低い材料を混在させる。現在は、新たにイオン液体同士を混在させた材料において、基礎的な物性評価を継続しており、今年度中の電気特性評価完遂を目指している。

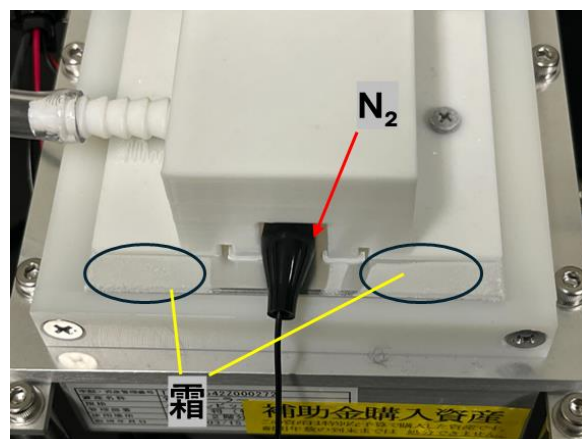


図3．開発した評価用環境システム。

3. 経費の使用状況（申請時の計画に対する実績を記述）

申請時には、50 万円の予算を希望させていただき、35 万円の予算を助成いただく運びとなった。実験用試薬および寒剤利用料については、予定金額とほぼ同程度の金額を使用させていただいた。一方で、当初予定していたDSC用セルの購入金額は充填できなかったため、電気測定用セルおよびセル測定用環境設備に予算を活用させていただいた。また、共通機器利用費については、当初予定していた設備を退官された先生から譲り受けたため費用を必要とせず、その分、実験環境の整備に使用させていただいた。

4. 将来展望（今後の発展性、実用化の見込み等について記述）

今回の研究において、当初の目的であった FGMs の機構確立には至らなかった。しかしながら、問題点を明らかにし既に対処方法を確立している点から、今後の計画に致命的な問題は存在しない。イオン液体が室温近傍で容易に固体-液体間を行き来できることから、今回のシステムはこれまでのダイオードと異なり、温度センサーなどの役割を含めた電子部品として社会実装できることを目指している。現時点において、実用化までの工程は長いものであることは否定できないが、今後も材料化学の面から改良を続けていくことで本研究成果の開花を引き続き目指す。

5. 成果の発表（学会での発表、学術誌への投稿等を記載。予定を含む）

現時点の成果を含め、今年度の日本化学会中国四国支部大会において発表予定。