

研究成果展開事業 研究成果最適展開支援プログラム
FS ステージ シーズ顕在化タイプ 事後評価報告書

研究開発課題名	: 積層ナノ薄膜を用いたリアルタイム多重発光性極微量酸素センサの開発
プロジェクトリーダー	: 理研計器(株)
所属機関	: 理研計器(株)
研究責任者	: 佐藤久子(愛媛大学)

1. 研究開発の目的

従来、酸素センサはいくつか提案されているが、単一デバイスによって混合気体中の微量の気体酸素を高選択的かつ迅速に検出することは実現されていない。これまでの酸化膜等を用いた素子では、検出は主に電気抵抗や電気容量などの電気的方法によっており、このような電気シグナルでは微量酸素に対する高選択性、迅速な検出・復帰などの実現は困難と考えられる。本シーズ顕在化においては、発光性イリジウム錯体と粘土鉱物とのハイブリッド薄膜を用い、酸素分圧の大きさによって発光波長の変換が起こり、さらに極低温などの過酷条件下でも微量酸素を迅速に高感度で検出することを目指す。

2. 研究開発の概要

①成果

両親媒性イリジウム錯体と粘土鉱物ナノシートとのハイブリッドラングミュア・プロジェクト(LB)膜を製造し、過酷条件下での応答性を検討した。この研究によって、ナノ薄膜が酸素気体に迅速かつ再現性良く応答するセンサとなることが示された。さらにこの結果を発展させ、微量酸素の高感度可視化センシングを目指し、発光波長の異なる異種のイリジウム錯体とのハイブリッド膜を一層ごとに人工積層する技術を確立した。その結果、酸素分圧によって発光波長の異なる多重発光性を実現した。得られた膜は、酸素分圧を可視的に判別できるリアルタイム迅速応答酸素センサの可能性を示すものである。

研究開発目標	達成度
① 微量酸素の検出のために単分子膜層での発光寿命 >500 nsを目指す。	① 赤、青、黄色の発光を示す3種の錯体を組み合わせて用いることによって、発光寿命の長寿命化($>1.2 \mu s$)を達成した。
② 発光色の異なる3種のIr(III)錯体の積層膜の製造方法を確立する。	② 積層膜が測定時に基板から剥離しないように強固な積層膜製造条件の検討を行い、積層数と発光強度とが比例する条件を確立した。3種類の錯体を用いた人工積層法の検討を行い、積層順番の異なる異種錯体多層膜の製造を実現した。
③ 人工積層法による積層膜を用いて、酸素の分圧に応じた発光色の可視化をおこなう。 検出感度 10 ppm 以下、応答性 0.1 秒以下での可視化と再現性を目指す。	③ $-20^{\circ}\text{C} \sim 40^{\circ}\text{C}$ において0.1秒以下の可逆応答性を示す酸素センサ膜を実現した。3種類の錯体を用いた異種積層多層膜を用い、積層の順番によって異なる発光特性を示すことに成功した。

	高感度の多重発光性を示す最適な多層膜を実現した。(H. Sato et al. New J. Chem., 38、132-138 (2014))
--	--------------------------------------------------------------------------

②今後の展開

市場調査の結果、N₂中の微量酸素の検出のニーズが大きいこと、また有機溶媒に対して安定した膜のニーズがあることが判明したため、今後は真空中のみならず、窒素雰囲気化での酸素の影響なども測定できるように進めてゆく。また、膜が有機溶媒や水分に対して耐性があるかどうかなど、膜の安定性について検討をおこなう。現在の製膜には高度の技術を要するため、企業化のために簡便な製膜方法を検討する。

3. 総合所見

一定の成果は得られており、イノベーション創出が期待される。目標設定に十分でない部分があり、新たな酸素センサーとしての可能性を顕在化するには至らなかったが、薄膜素子の安定性および発光色の視認性の向上を目指した実用化研究を期待する。

以上