

再沈法による C₆₀ ナノ結晶サイズ制御因子の解明A controlling factor of C₆₀ nanocrystal size in re-precipitation¹山形大工, ²山形大学院理工, ³有機エレクトロニクス研究センター, ⁴東北創生研究所○志藤 慶治¹, 小坏泰輝², 渡部大輝¹, 増原 陽人^{2,3,4}Faculty of Engineering, Yamagata Univ.¹,Graduate School of Science and Engineering, Yamagata Univ.²,Research Center for Organic Electronics³, Research Institute for Tohoku Revitalization⁴,○Keiji Shito¹, Taiki Koakutsu², Hiroki Watanabe¹, Akito Masuhara^{2,3,4}

E-mail: tcy49287@st.yamagata-u.ac.jp

【概要】当研究室では、再沈法をベースとして作製したナノ結晶を有機薄膜太陽電池等の有機デバイス内部構造制御に用いてきた。再沈法¹⁾とはナノ結晶化対象化合物の溶液を無限希釈可能な貧溶媒中に一気に注入することで、再沈殿効果によりナノ結晶を作製する手法であり、使用する溶媒、濃度、温度等の条件により結晶径や形状(C₆₀を対象化合物とした場合)の制御²⁾を容易に行うことが可能な手法である。この再沈法においてこれまで経験則で溶媒の組み合わせ等の条件を決めナノ結晶を作製していたが、影響因子やナノ結晶形成の過程は完全に解明出来てはいない。そこで、今後より再沈法の簡便化を行ううえで必須となる影響因子・ナノ結晶形成過程の解明を目指す。

【実験】ナノ結晶化対象化合物として、C₆₀ を用い良溶媒に(S)-(-)-1-phenylethylamine, pyridine, o-xylene, m-xylene, p-xylene, carbon disulfide の 6 種類、貧溶媒に acetonitrile, methanol, ethanol, 1-propanol, 2-propanol の 5 種類の有機溶媒を使用し比較検討を行った。測定項目として具体的には、各種溶媒粘度や作製した分散液とナノ結晶を吸収スペクトル測定、DLS(動的光散乱)、ζ電位、電子顕微鏡観察等を用い評価を行った。良溶媒種を固定し、貧溶媒を粘度ごとに選択した系と、貧溶媒を固定し、良溶媒を粘度ごとに選択した系について検討を行い、粒子サイズと粘度の関係を明らかにした。

【結果】良溶媒((S)-(-)-1-phenylethylamine : 1.692 mPa · s) · 貧溶媒(acetonitrile : 0.35 mPa · s)の組み合わせにおいてこれまで作製が困難であった平均粒子サイズが約 30 nm の単分散且つサイズの小さなナノ結晶を得ることに成功した。Fig. 1. に上記の 6 種類の良溶媒と acetonitrile を用いた再沈の SEM 像を示す。良溶媒の粘度が高くなるとナノ結晶サイズが増大する傾向が確認できた。Fig. 2. に用いた溶媒の粘度と作製したナノ結晶径の相関図を示す。一例ではあるが、再沈法におけるナノ結晶サイズが良溶媒の粘度に依存することが確認できた。具体的には、良溶媒に高粘度、貧溶媒に低粘度の溶媒を用いた場合、ナノ結晶サイズは小さいものが得られることを確認した。

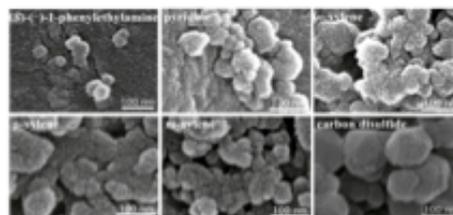
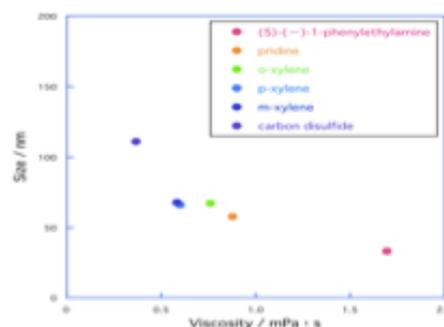
Fig. 1. C₆₀ナノ結晶のSEM像

Fig. 2. 良溶媒の粘度変化と粒子サイズの相関図

【参考文献】

- 1) H. Masuhara, H. Nakanishi and K. Sasaki, *Single Organic Nanoparticles*. Springer, Berlin (2003).
- 2) A. Masuhara, FULLERENE NANOWHISKERS, K. Miyazawa Ed., 89-101 (2011).