

CuInS₂ 多孔質結晶の溶解条件における結晶構造の評価

Investigation of crystal structure for the solubility conditions of porous CuInS₂ crystals

都城高専[○]赤木洋二¹, 永崎瑞樹³

Miyakonojo Coll. Tech.,[○]Yoji Akaki, Mizuki Nagasaki

E-mail: akaki@cc.miyakonojo-nct.ac.jp

1. はじめに

CuInS₂ 多孔質結晶は、Shen らによって初めて報告されたが、その合成条件は不明な点が多く、結晶形態の制御もなされていない[1]。これまで我々は、出発原料をストイキオメトリーとなるように秤量し、それをもとに合成を行うことで結晶性がよく、粒子凝集型で花びら型の CuInS₂ 多孔質結晶が合成できることを報告してきた[2]。しかしながら、これまで、比表面積の制御が不十分であり、その原因が原料の溶解条件にあると考えた。そこで、今回は、原料を溶解させるときの温度と時間に着目し、合成された CuInS₂ 多孔質結晶の比表面積に着目し検討を行ったので報告する。

2. 実験方法

CuInS₂ 多孔質結晶は、塩化銅 II 水和物(CuCl₂ · 2H₂O)と塩化インジウム IV 水和物(InCl₃ · 4H₂O)、チオ尿素(CH₄N₂S)を、Cu、In、S がストイキオメトリーとなるように秤量し、エチレングリコール中で溶解させた後、加熱、攪拌して合成を行った。その後、合成物は無水エタノールおよび蒸留水で洗浄した後、真空乾燥を行った。今回は、溶解時の温度を 50~100℃、時間を 4~16 時間と可変させて CuInS₂ 多孔質結晶の合成を行った。

3. 結果及び考察

X 線回折の結果より、溶解温度が低く、かつ溶解時間が短い時の粉末から、カルコパイライト型 CuInS₂ 結晶に起因する 112、204/220、116/312 回折ピークのみ確認でき、CuInS₂ 単相となることが確認できた。しかしながら、溶解温度が高くなるにしたがって、結晶が育成できていないことが分かった。XRF の結果より全体的に、In が結晶中に取り込まれず、大幅な不足が確認でき、溶解温度の上昇とともにそれが顕著になった。合成された粉末の比表面積を測定すると、Fig.1 に示すとおり、溶解温度が高くなるにしたがって、比表面積が大きくなったが、X 線回折によって確認された高品質な結晶に限ると、20 m²/g 以下の比表面積となり、溶解時の条件によって合成された多孔質結晶体に影響を与えることが分かった。

[1] G. Shen *et al.*, J. 3Cryst., Growth, 254 (2003) 75.

[2] Y. Akaki *et al.*, ICTMC19 (2014) 103.

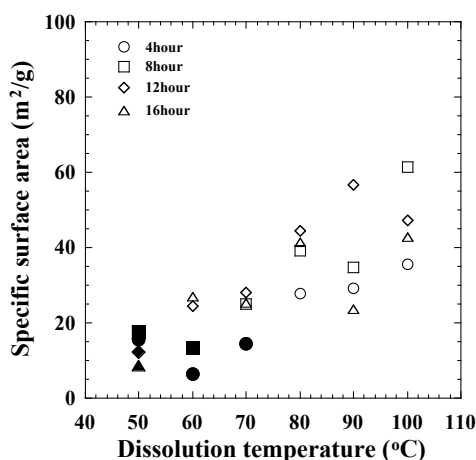


Fig. 1. Specific surface area of CuInS₂ porous crystals grown by stirrer.