

ミックスフラーレンからの昇華精製による C₇₀ 分離法

Separation of C₇₀ by sublimation purification method from the mixed fullerene

阿部優樹, 片山美樹雅, 嘉治寿彦 (東京農工大学)

Yuki Abe, Mikimasa Katayama, Toshiko Kaji (Tokyo Univ. of Agri. & Tech.)

E-mail:abe@st.go.tuat.ac.jp

フラーレンの中でも C₇₀ とその誘導体は、可視吸収域の広さから、高効率の有機薄膜太陽電池の材料として、広く用いられている。しかし、有機薄膜太陽電池の実用化の際には C₇₀ が C₆₀ と比べても何倍も高価なことが問題となると予想される。その原因は原料のミックスフラーレンへの含有率の低さと分離工程数の多さである。フラーレンの分離法として現在最も普及しているのは、フラーレンをトルエン、ヘキサンなどの有機溶媒に溶解し、低次の C₆₀ から順に HPLC などのカラムで分離していく方法である。他の分離法としては昇華法による分離が考えられるが、ミックスフラーレンから直接 C₇₀ のみを分離する方法は知られていない。そこで、この研究は昇華精製によってミックスフラーレンから一度に大量の C₇₀ を取り出すことを目的とした。

3 ゾーンの電気炉を用いて 0.1 気圧の窒素フロー下で昇華精製を行うことにより C₆₀、C₇₀、他の高次フラーレンが 7:2:1 の割合で含まれているミックスフラーレンを原料としてそれぞれの析出温度差を利用して結晶を析出させた。1g の原料を電気炉の温度を変えて昇華精製していった結果、結晶が 2 か所に綺麗に分かれて析出する条件を見つけることに成功した。そこで紫外可視近赤外分光光度計を用いて結晶のトルエン溶液の吸収スペクトルを測定したところそれぞれ主成分が C₆₀ と C₇₀ であることを確認した。(Fig.1) 次に原料を 3g、5g、10g、15g と変えて同様に昇華精製を行った結果、蒸気圧の飽和により C₆₀ と C₇₀ の昇華速度の差が生じるため (Fig.2)、原料の仕込み量により C₇₀ 析出割合を大幅に増やせることがわかった。

以上のように、ミックスフラーレンから同時に主成分がそれぞれ C₆₀ の結晶と C₇₀ の結晶を分離して析出させることに成功し、また、これらの析出割合を原料の仕込み量により制御できることがわかった。今後はそれぞれ析出した C₆₀ と C₇₀ の純度をできるだけ少ない工程数で向上させ、高純度の C₆₀ と C₇₀ を取り出す有効な手段として確立したい。

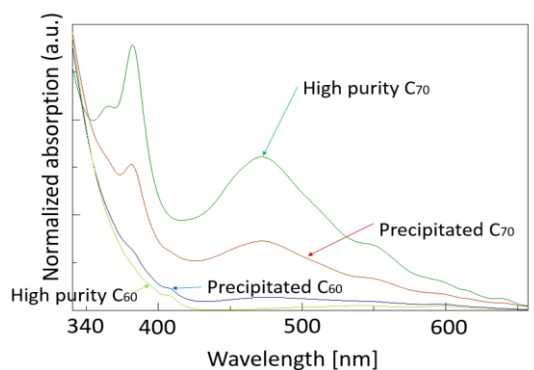


Fig.1 Spectrum of the precipitated C₆₀ and C₇₀,
high purity C₆₀ and C₇₀

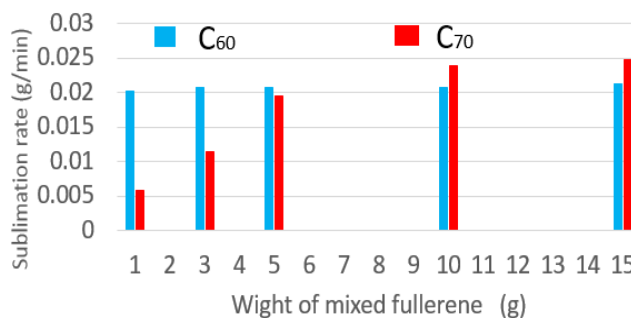


Fig.2 Sublimation rate of C₆₀ and C₇₀ for
mixed fullerene