

多孔質ガラス中の有機無機ペロブスカイトナノ粒子の合成と発光特性

Synthesis and Luminescence of Organic-Inorganic Perovskite Nanocrystals in Glass

産総研¹, 秋田大² °篠崎 健二¹, 河野 直樹²

AIST¹, Akita Univ.², °Kenji Shinozaki¹, Naoki Kawano²

E-mail: k-shinozaki@asit.go.jp

有機層と無機層からなる層状量子井戸構造を持ったペロブスカイト結晶($(\text{RNH}_3)_2\text{PbX}_4$ (R: 炭化水素, X: ハロゲン))は量子閉じ込め効果により無機層に形成されるエキシトンの束縛エネルギーが顕著に上昇し、優れた蛍光特性およびシンチレーション特性を示すことが報告されている。一方、この材料は単結晶育成に長時間を要するため、バルクとして使うにはコストやサイズの制限などの課題がある。本研究では、多孔質ガラスの孔内で層状構造をもつ有機無機ペロブスカイトナノ結晶を成長させ、短時間のプロセスでバルク体を得ることを試みた。優れたシンチレーション特性が報告されている $(\text{C}_6\text{H}_5\text{C}_2\text{H}_4\text{NH}_3)_2\text{PbBr}_4$ (以下 Phe) を目的相とした[1]。

Phe : DMF が重量比で 1 : 10 になるよう溶液を調整した。孔径 4 nm の多孔質ガラスを ref. [2] と同様の方法で作製した。ナス型フラスコに多孔質ガラスと調整した溶液を入れ、エバポレータで真空引きしながら 25°C にて 1 h 攪拌を行った。105°C で 30 min 加熱し、DMF を蒸発させ固化した。表面に付着した粗大な結晶は表面を研磨することで取り除いた。また、比較のため ref. [1] の貧溶媒拡散法で、Phe 単結晶を合成した。得られた複合体および単結晶について、XRD、TEM・STEM 観察、蛍光スペクトル、蛍光寿命の測定を行った。蛍光スペクトルはクライオスタットおよびヒーターを用いて 3.6 K から 500 K の範囲で計測した。

複合体は半透明白色を呈していた。複合化前後の重量変化から孔内に導入できた Phe は 40% 程度と見積もられた。得られた複合体の XRD パターンから、析出結晶相は目的相である Phe であることを確認した。ピーク位置は単結晶と一致しており、シフトは観測されなかった。複合体の TEM 像を Fig. 1 に示す。粒径 3-4 nm の球状ナノ粒子が析出した。蛍光スペクトル測定を Fig. 2 に示す。複合体では 416 nm に蛍光ピークが現れた。単結晶では 408 nm なので、複合化により長波長シフトした。当日は温度特性の結果などからエキシトンの束縛エネルギー変化について議論する。

Ref) [1] W. Liu et al. J. Non-Cryst. Solids 352 (2006) 2969. [2] N. Kawano et al. Sci. Rep. 7 (2017) 14754.

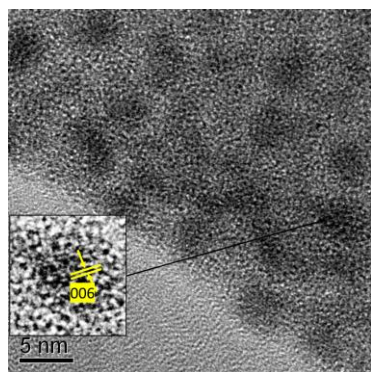


Fig. 1. TEM image of Phe in nanopore in glass.

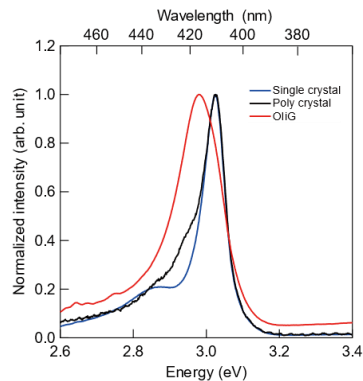


Fig. 2 PL spectra of single and hybrid samples.