エラスティック単結晶を形成するための濃度-温度相図の作成

Conc.–Temp. phase diagrams for formation of elastic single crystals

熊本大工 [1]，高知工大環境 [2]　○渡邉 智 [1]，(M1)小野 恵瑚 [1]，林正太郎 [2]，國武雅司 [1]

Kumamoto Univ. [1], Kochi Univ. of Tech. [2], ◦Satoshi Watanabe[1], Keigo Ono[1], Shotaro Hayashi[2], Masashi Kunitake[1]

E-mail: watasato@kumamoto-u.ac.jp

【緒言】いくつかの有機半導体分子がエラスティック結晶を形成することが報告されている。質の高いエラスティック単結晶を得るためには、結晶成長条件を知るための相図が不可欠である。本研究では、エラスティック結晶を形成する 9, 10-ジブロモアントラセン（DBAn）の有機溶媒もしくはイオン液体溶液の温度-濃度相図を作成した。また、相図に基づいた過飽和条件を用いてガラスキャピラリー中で DBAn の単結晶を形成させた。

【方法】種々の有機溶媒とイオン液体への DBAn の溶解性を調べた。溶解度の高かった溶媒をサンプル瓶に入れ、DBAn 粉末を溶け残るまで加えた。1℃/分で加熱して、目視で DBAn 粉末が溶解した温度を溶解温度とした。再び少量 DBAn 粉末を加えて同様の操作を所定温度まで繰り返した。その後、同様の速度で冷却し、目視で結晶が析出した温度を結晶析出温度とした。

【結果】溶媒のスクリーニングより、有機溶媒として 1, 2-ジクロロベンゼン（DCB，室温の飽和溶解度が約 90 mM)、イオン液体として 1-オクチル-4-メチルピリヂニウムビスフルオロニルイミド（IL-1，80 度の飽和溶解度が約 10 mM）を良溶媒とした。図 1 は各々の溶媒 DBAn の IL-1 溶液の温度-濃度相図を示す。溶解温度を見ると、どちらの溶媒系でも温度に比例して溶解濃度が増加した。一方の析出温度を見ると、DCB 溶液は濃度によらず析出温度は溶解温度より 10 度程度低くかった。IL-1 溶液は濃度 140 mM のときの析出温度が溶解温度より 40 度低かった。濃度が低下すると析出温度と溶解温度の差が大きくなった。結晶が析出する場所に注目すると、DCB 溶液の場合は特に決まった場所から析出するように見えなかったが、IL-1 溶液の 場合は溶液表面に再現性良く析出した。当日は過飽和条件下における単結晶成長についても報告する。

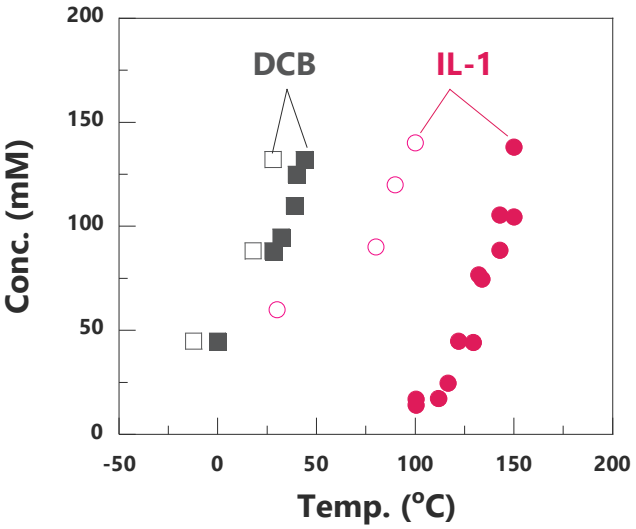

Figure 1. Phase diagram of DBAn in DCB and IL-1. Filled and white plots are dissolution and precipitation, respectively.

© 2021年 応用物理学会