

量子ドット CuInS/ZnS 溶液の濃度調整と発光特性

伊藤里早

Risa ITOH

電子情報学専攻修士課程 1年

1. はじめに

私は、2016年3月14日～17日に横浜パシフィコで開催された、「第64回応用物理学会春季学術講演会」に参加し、標記のテーマについて、ポスター発表を行った。

2. 研究背景

量子ドットは、可溶性ナノ材料という新素材として大変注目を浴びている物質である。その応用例は多岐に渡り、コア/シェル型量子ドットは、既存の色素よりも高い光安定性を持つ。また、量子ドットは発光スペクトルが狭く、かつ吸収スペクトルが広くて連続的であり、高い量子効率のまま近赤外領域に発光波長を調節することが可能である。

3. 実験方法と作製方法

3.1 量子ドットの作製方法

手順1: シリコンオイルを加熱して、180℃にする。このとき、スターラーは230℃、300 RPM に設定する。

手順2: 温度計を用いて、シリコンオイルの温度を測定し、180℃になったことを確認後、酢酸銅/オレイルアミンを0.25 ml、酢酸インジウム/オレイルアミンを1 ml、オレイルアミンを1 ml、ドデカンチオールを1 ml、2口フラスコに入れて混合する。

手順3: 二口フラスコにゴム栓を付ける。

手順4: ロータリーポンプを用いて、二口フラスコ内を真空引きする。

手順5: 1分後、ロータリーポンプを止め、フラ

スコ内に窒素を入れ窒素置換を行う。

手順6: 二口フラスコをシリコンオイルに浸し、加熱を行う。

手順7: 注射器を用いて、硫黄/オクタデセンを1 ml 勢いよく、フラスコ内に入れる。

手順8: 5分間、加熱を行う。

手順9: 注射器を用いて、亜鉛/オレイルアミンを1 ml 勢いよく、フラスコ内に入れる。

手順10: 5分間、加熱を行う。

手順11: 注射器を用いて、硫黄/オクタデセンを1 ml ゆっくりフラスコ内に入れる。

手順12: 5分間、加熱を行う。

手順13: 加熱後、20分間の冷却を行う

したがって、量子ドット Cu-In-S/ZnS が作製された。

3.2 量子ドットの分離作業

手順1: 冷却後、二口フラスコ内の溶液を、スクリー管に移す。

手順2: 量子ドット溶液の作製過程で出来た副産物と分離するために、スクリー管にエタノールを40 ml 入れる。

手順3: エタノールを入れたまま、量子ドットを沈殿させるために、24時間保存しておく。

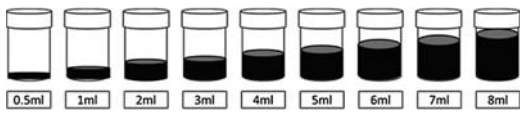
手順4: 24時間後、量子ドットの沈殿を確認次第、副産物を廃液として流す。副産物には、オレイルアミン、ドデカンチオール、オクタデセンが含まれている。

手順5: 底部分に沈殿した量子ドットを攪拌するため、スクリー管にシクロヘキサンを5 ml 入れる。

4. 量子ドットのコアシェル構造比

量子ドットのコア/シェル比を変化させると、発光にどのような影響を与えるのかを調べるため、下記に示す表の比率パターンの割合にしたがって、量子ドットを作製した。また、それぞれのパターンの

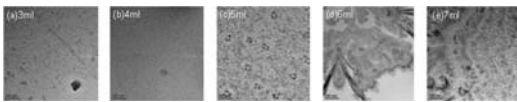
コア/シェル比の比率を分かりやすくするために、視覚化した模式図を示す。



シクロヘキサンによる量子ドット溶液の濃度調整

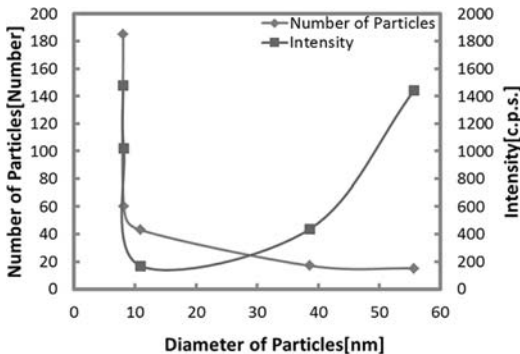
5. 透過型電子顕微鏡を用いた量子ドットの評価

透過型電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope: TEM) を用いて、作製したコアシェル構造比の量子ドットの粒子の個数の測定を行った。

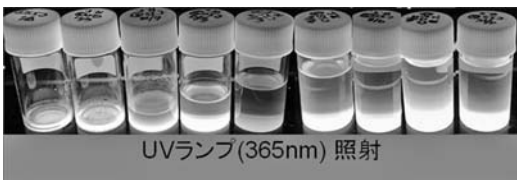


TEM 画像

(分散溶液 a. 3 ml, b. 4 ml, c. 5 ml, d. 6 ml, e. 7 ml)



量子ドットの粒子の個数と発光強度



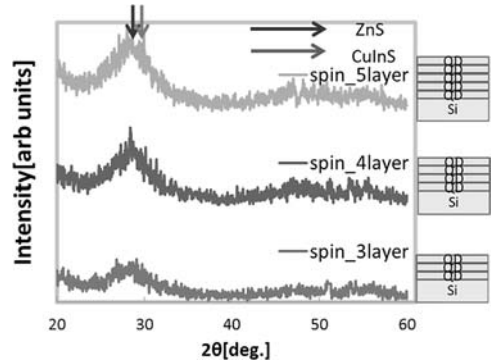
コアシェル構造比と発光強度

6. XRD による量子ドットの結晶性評価

XRD (X-ray Diffraction) 装置を用いて作製した Cu-In-S/ZnS 量子ドット (QDs) の積層構造の結晶構造解析を行った。その結果をそれぞれのグラフに

示す。

量子ドットの積層構造は、スピコート法で作製した。積層構造を作製することで、結晶性の特性にどのような変化が見られるか評価した。



XRD 測定結果

7. まとめ

分散液中の量子ドットの個数計測を TEM 観察で用いるメッシュ上 $900 \times 900 \text{ nm}^2$ の範囲内で行った。量子ドット濃度 5.0 mg/ml のとき、分散している粒子数が最も多くなり、最も発光強度が強くなることが示唆された。さらに、発光強度を評価するため PL 測定を行い、積分強度を算出したところ、量子ドット濃度 5.0 mg/ml のときに、積分強度が最も強いことが示され、発光強度が強いことがわかった。

8. おわりに

私は、今回で2度目となる学会で、ポスター発表をさせていただいた。緊張したが、多くの知識を得る大変貴重な機会であった。発表時間中は、多くの方々から、私のテーマに興味を持ってくださり、たくさんの意見や質問をいただくことが出来た。今回の学会で知り得た知識を吸収し、今後の自分の研究に多めに役立てていけるようにしたいと考えている。

また、今回の学会発表を行う為に、懇切なご指導をいただきました山本伸一教授、山本研究室の先輩方や、共に協力し合い、励まし合った同期の仲間たちに心より感謝いたします。