

再沈殿法によるポリ（3-ヘキシルチオフェン）(P3HT)ナノ粒子のサイズ制御と微分型電気移動度分析器(DMA)による粒度分布評価

(理研¹・FLOX²) ○折井孝彰¹・松鷹宏²・加瀬究¹・田島右副^{1,2}

【緒言】再沈殿法は目的とする有機材料を良溶媒に溶かした溶液を貧溶媒に注入してコロイド粒子を作製する方法で、界面活性剤等の分散剤を使用せずにコロイド溶液を得ることが可能である。しかし、再沈殿法におけるコロイド粒子の形成機構は未だ明らかではなく、粒子サイズを制御するための指針も完全には確立されていない。我々は、有機薄膜太陽電池等で広く用いられている p 型有機半導体ポリマーである Poly(3-hexylthiophene-2,5-diyl) (P3HT) のナノ粒子を再沈殿法により作製している。本研究では、良溶媒に溶かした P3HT 溶液を多数のマイクロキャピラリーを用いて貧溶媒中に均一かつ微細に注入することにより、溶液濃度によるサイズ制御を実証し、再沈殿法におけるコロイド粒子の形成機構について議論する。

【実験】約 50℃で完全に溶解させた P3HT(Mw: 34,500)の tetrahydrofuran (THF)溶液を、攪拌した約 60℃の蒸留水と混合する再沈殿法により P3HT ナノ粒子を作製した。このとき、新たに試作した注入装置を用いて、蒸留水中に挿入したマイクロキャピラリー（約 60 本）の先端より THF 溶液を注入し微細かつ均一に混合することを試みた。この様な条件の下で THF 溶液の P3HT 濃度を 0.01～0.6wt%で変化させ、作製されるナノ粒子のサイズ分布について検討した。コロイド粒子のサイズ分布測定は、正確かつ高感度な微分型電気移動度分析器(DMA)を用いて行った。

【結果および考察】Fig.1 に P3HT ナノ粒子のサイズ分布の一例を示す。サイズ分布の最頻粒子径は P3HT 濃度の増加とともに約 30 nm から 100 nm まで増大した。解析より、最頻粒子径は P3HT 濃度の 1/3 乗に比例して増大することが示された。また、THF 溶液の注入開始から終了までのサイズ分布の変化をオンラインで連続的に測定したところ、注入開始直後から概ね同一サイズのナノ粒子が生成され続けていることが確認された。以上の結果より、再沈殿法における P3HT ナノ粒子の形成機構に関して、蒸留水中に注入された THF 溶液の液滴からの析出モデルを示し考察する。

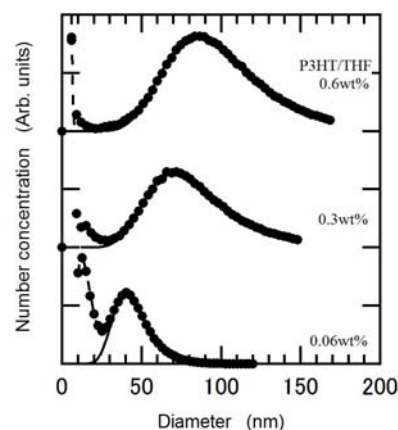


Fig.1. Size distributions of P3HT nanoparticles produced by reprecipitation method

Size controllable synthesis of poly(3-hexylthiophene) (P3HT) nanoparticles by reprecipitation and size measurement by using a differential mobility analyzer (DMA)

T. ORII¹, H. MATSUTAKA², K. KASE¹, Y. TAJIMA^{1,2} (RIKEN¹, FLOX², t.orii@riken.jp)

Aqueous-dispersible poly(3-hexylthiophene-2,5-diyl) (P3HT) nanoparticles were produced by using a size-controllable nanoprecipitation system. Tetrahydrofuran (THF) solutions of P3HT were injected into distilled water using a multi-capillary injection unit. Size distributions of P3HT nanoparticles in suspensions were measured using a differential mobility analyzer (DMA). Under the well-controlled mixing condition, the geometric mean diameter increased from 30 nm to 100 nm approximately according to the 1/3th power function of P3HT concentration of solution. Size distribution of P3HT nanoparticles generated in the nanoprecipitation systems was nearly fixed, irrespective of injection time.