慶應義塾大学学術情報リポジトリ
Keio Associated Repository of Academic resouces

Title	非鉛系ペロブスカイト型量子ドット蛍光体の蛍光特性の改善
Sub Title	Improvement on photoluminescence of lead-free fluorescent perovskite quantum dots
Author	磯, 由樹(Iso, Yoshiki)
Publisher	慶應義塾大学
Publication year	2019
Jtitle	学事振興資金研究成果実績報告書 (2018.)
JaLC DOI	
Abstract	完全無機ハロゲン化物ペロブスカイト量子ドット(QDs)であるCsPbBr3 QDs蛍光体は半値幅が狭く、量子収率の高い蛍光を示すため、広色域ディスプレイへの応用が期待されている。しかし、毒性のあるPbが実用化を妨げている。そこで本研究では、非鉛系材料として、Cs3Sb2Br9ペロブスカイトQDsの作製とその条件を検討した。 典型的な合成条件を示す。臭化セシウム0.3mmol、臭化アンチモン0.2mmol)およびN,N-ジメチルホルムアミド2mLを加えて室温で撹拌し、透明な黄色溶液を得た。オレイルアミン20μLを加えて、これを前駆体溶液とした。また、オクタン10mLとオレイン酸2mLを室温で混合した。この溶液を激しく撹拌しながら、前駆体溶液0.1mLを加えて、10s反応させた。得られた黄色分散液を1000×gで遠心分離を3min行い、沈降物を除去して上澄み試料を得た。さらに、この上澄み試料を19000×gで5min遠心分離を行い、黄色沈降物を得た。この沈降物を脱水トルエン5mLに加えて分散させたものをトルエン分散液試料とした。また、上記の合成方法において撹拌を10s行った後に19000×gで10min遠心分離して得られた沈降物を24h以上真空乾燥し、粉末試料を得た。 XRDプロファイルでは、Cs3Sb2Br9に帰属できるブロードなピークが見られた。Cs3Sb2Br9の(201)面に帰属される27°のピークから結晶子径をScherrerの式で算出すると、7.1nmであった。UV-vis吸収スペクトルには、吸収ピークが350–450nm付近に現れた。PLスペクトルでは、410nm付近に溶媒中のオレイン酸、470nm付近にCs3Sb2Br9 QDsのものと考えられるPLピークがそれぞれ見られた。ここで、オレイン酸の量を0.5、1、2、4、6mLで変化させると、2mLのときが最もQDsの蛍光が明確に現れた。したがって、使用するオレイン酸の量には最適値があることが示された。さらに合成条件を最適化することで、QDsの蛍光特性が改善されると考えられる。 The CsPbBr3 quantum dots (QDs), which is completely-inorganic halide perovskite phosphors, have attracted much attention in the application to wide color gamut displays because of their excellent photoluminescence (PL) with high quantum yields and narrow peak widths. However, the toxicity of Pb prevents practical use of them. In this study, preparation and improvement of lead-free Cs3Sb2Br9 perovskite QDs are investigated. A typical synthesis is described here. 0.3 mmol of cesium bromide and 0.2 mmol of antimony bromide were added to 2 mL of N,N-dimethylformamide, and then stirred at room temperature to obtain a clear yellow solution. 20 μL of oleylamine was added to prepare a precursor solution. 10 mL of octane and 2 mL of oleic acid were mixed at room temperature. 0.1 mL of the precursor solution was added to this mixture under vigorous stirring and then reacted for 10 s. The resulting yellow dispersion was centrifuged at 1,000×g for 3 min, and the precipitate was removed to obtain the supernatant. Furthermore, the supernatant was centrifuged at 19,000 × g for 5 min to obtain a yellow precipitate. This precipitate was dispersed to 5 mL of dehydrated toluene to prepare a toluene dispersion. Furthermore, after stirring was carried out for 10 s in the above synthesis method, the precipitate obtained by centrifugation at 19,000×g for 10 min was vacuum-dried for 24 h or more to obtain powder sample. Broad peaks attributable to Cs3Sb2Br9 were observed in the XRD profile. From the peak at 27°assigned to the (201) plane of Cs3Sb2Br9, the crystallite diameter was calculated to be 7.1 nm by Scherrer's equation. In the UV-vis absorption spectrum, an absorption peak appeared around 350–450 nm. In the PL spectrum, the emission peaks of residue oleic acid in the solvent and Cs3Sb2Br9 QDs were observed around 410 nm and 470 nm, respectively. When the used of oleic acid was changed at 0.5, 1, 2, 4, and 6 mL, 2 mL was the optimum amount at what the PL peak of QDs appeared most clearly. Therefore, there was an optimum condition for the used oleic acid. The PL property of the QDs would be improved by the further optimization on the synthesis conditions.
Notes	
Genre	Research Paper
URL	https://koara.lib.keio.ac.jp/xoonips/modules/xoonips/detail.php?koara_id=2018000005-20180316

慶應義塾大学学術情報リポジトリ(KOARA)に掲載されているコンテンツの著作権は、それぞれの著作者、学会または出版社/発行者に帰属し、その権利は著作権法によって保護されています。引用にあたっては、著作権法を遵守してご利用ください。

The copyrights of content available on the KeiO Associated Repository of Academic resources (KOARA) belong to the respective authors, academic societies, or publishers/issuers, and these rights are protected by the Japanese Copyright Act. When quoting the content, please follow the Japanese copyright act.

2018 年度　学事振興資金（個人研究）研究成果実績報告書

2019 年 2 月 28 日

研究代表者	所属	理工学部	職名	助教	補助額	100 （C）千円
	氏名	磯 由樹	氏名（英語）	Yoshiki Iso		

研究課題（日本語）

非鉛系ペロブスカイト型量子ドット蛍光体の蛍光特性の改善

研究課題（英訳）

Improvement on photoluminescence of lead-free fluorescent perovskite quantum dots

１．研究成果実績の概要

完全無機ハロゲン化物ペロブスカイト量子ドット(QDs)である CsPbBr3 QDs 蛍光体は半値幅が狭く、量子収率の高い蛍光を示すため、広色域ディスプレイへの応用が期待されている。しかし、毒性のある Pb が実用化を妨げている。そこで本研究では、非鉛系材料として、Cs3Sb2Br9 ペロブスカイト QDs の作製とその条件を検討した。

典型的な合成条件を示す。臭化セシウム 0.3 mmol、臭化アンチモン 0.2 mmol)および N,N-ジメチルホルムアミド 2 mL を加えて室温で撹拌し、透明な黄色溶液を得た。オレイルアミン 20 μL を加えて、これを前駆体溶液とした。また、オクタン 10 mL とオレイン酸 2 mL を室温で混合した。この溶液を激しく撹拌しながら、前駆体溶液 0.1 mL を加えて、10 s 反応させた。得られた黄色分散液を 1000×g で遠心分離を 3 min 行い、沈降物を除去して上澄み試料を得た。さらに、この上澄み試料を 19000×g で 5 min 遠心分離を行い、黄色沈降物を得た。この沈降物を脱水トルエン 5 mL に加えて分散させたものをトルエン分散液試料とした。また、上記の合成方法において撹拌を 10 s 行った後に 19000×g で 10 min 遠心分離して得られた沈降物を 24 h 以上真空乾燥し、粉末試料を得た。

XRD プロファイルでは、Cs3Sb2Br9 に帰属できるブロードなピークが見られた。Cs3Sb2Br9 の(201)面に帰属される 27° のピークから結晶子径を Scherrer の式で算出すると、7.1 nm であった。UV-vis 吸収スペクトルには、吸収ピークが 350-450 nm 付近に現れた。PL スペクトルでは、410 nm 付近に溶媒中のオレイン酸、470 nm 付近に Cs3Sb2Br9 QDs のものと考えられる PL ピークがそれぞれ見られた。ここで、オレイン酸の量を 0.5、1、2、4、6 mL で変化させると、2 mL のときが最も QDs の蛍光が明確に現れた。したがって、使用するオレイン酸の量には最適値があることが示された。さらに合成条件を最適化することで、QDs の蛍光特性が改善されると考えられる。

２．研究成果実績の概要（英訳）

The CsPbBr3 quantum dots (QDs), which is completely-inorganic halide perovskite phosphors, have attracted much attention in the application to wide color gamut displays because of their excellent photoluminescence (PL) with high quantum yields and narrow peak widths. However, the toxicity of Pb prevents practical use of them. In this study, preparation and improvement of lead-free Cs3Sb2Br9 perovskite QDs are investigated.

A typical synthesis is described here. 0.3 mmol of cesium bromide and 0.2 mmol of antimony bromide were added to 2 mL of N,N-dimethylformamide, and then stirred at room temperature to obtain a clear yellow solution. 20 μL of oleylamine was added to prepare a precursor solution. 10 mL of octane and 2 mL of oleic acid were mixed at room temperature. 0.1 mL of the precursor solution was added to this mixture under vigorous stirring and then reacted for 10 s. The resulting yellow dispersion was centrifuged at 1,000×g for 3 min, and the precipitate was removed to obtain the supernatant. Furthermore, the supernatant was centrifuged at 19,000 × g for 5 min to obtain a yellow precipitate. This precipitate was dispersed to 5 mL of dehydrated toluene to prepare a toluene dispersion. Furthermore, after stirring was carried out for 10 s in the above synthesis method, the precipitate obtained by centrifugation at 19,000×g for 10 min was vacuum-dried for 24 h or more to obtain powder sample.

Broad peaks attributable to Cs3Sb2Br9 were observed in the XRD profile. From the peak at 27° assigned to the (201) plane of Cs3Sb2Br9, the crystallite diameter was calculated to be 7.1 nm by Scherrer's equation. In the UV-vis absorption spectrum, an absorption peak appeared around 350-450 nm. In the PL spectrum, the emission peaks of residue oleic acid in the solvent and Cs3Sb2Br9 QDs were observed around 410 nm and 470 nm, respectively. When the used of oleic acid was changed at 0.5, 1, 2, 4, and 6 mL, 2 mL was the optimum amount at what the PL peak of QDs appeared most clearly. Therefore, there was an optimum condition for the used oleic acid. The PL property of the QDs would be improved by the further optimization on the synthesis conditions.

３．本研究課題に関する発表

発表者氏名（著者・講演者）	発表課題名（著書名・演題）	発表学術誌名（著書発行所・講演学会）	学術誌発行年月（著書発行年月・講演年月）