



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105632771 A

(43) 申请公布日 2016. 06. 01

(21) 申请号 201610149771. 6

(22) 申请日 2016. 03. 16

(71) 申请人 三峡大学

地址 443002 湖北省宜昌市大学路 8 号

(72) 发明人 孙盼盼 吴智鑫 张鸣 艾长智

孙小华 黄姐

(74) 专利代理机构 宜昌市三峡专利事务所

42103

代理人 蒋悦

(51) Int. Cl.

H01G 9/20(2006. 01)

H01G 9/042(2006. 01)

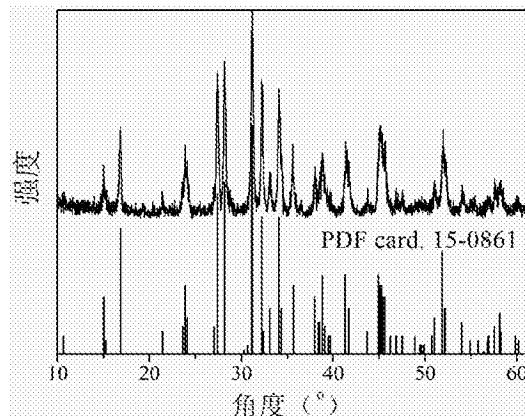
权利要求书1页 说明书3页 附图3页

(54) 发明名称

一种 Sb₂Se₃ 薄膜对电极材料的制备方法

(57) 摘要

本发明提供一种 Sb₂Se₃ 薄膜对电极材料的制备方法：将装有 Sb₂Se₃ 粉体的刚玉舟置于管式炉中，清洗干净的 FTO 玻璃和沉积有碳纳米粒子的薄膜盖在刚玉舟之上，气氛保护下 350 ~ 550°C 下恒温处理 10min ~ 1h，冷却，即可通过热蒸发方法在 FTO 玻璃和碳纳米粒子薄膜上得到 Sb₂Se₃ 薄膜。本发明制备工艺简单快捷，且节省原材料，首次设计并提出在碳纳米粒子薄膜上沉积 Sb₂Se₃，可以利用碳纳米粒子薄膜的多孔结构提高沉积效率，并有效释放薄膜应力。采用本方法制备得到的 Sb₂Se₃ 薄膜具有成分可控、均一性和重复性好的优点。作为染料敏化太阳能电池对电极，Sb₂Se₃ 薄膜表现出优异的导电性和电催化性能。



1. 一种Sb₂Se₃薄膜对电极材料的制备方法,其特征在于,采用热蒸发方法,在FTO和碳纳米粒子薄膜上获得Sb₂Se₃薄膜,其实现步骤为:

(1) 将碳纳米粒子和羧甲基纤维羧钠分散至水中得到碳纳米粒子溶胶,经过60~100℃真空干燥,得到碳纳米粒子薄膜;

(2) 将装有Sb₂Se₃粉体的刚玉舟置于管式炉中,将沉积有碳纳米粒子的薄膜盖在刚玉舟之上,放入气氛炉中退火处理后,等待自然冷却,即可在碳纳米粒子薄膜上得到Sb₂Se₃薄膜。

2. 权利要求1所述的Sb₂Se₃薄膜对电极材料的制备方法,其特征在于,沉积有碳纳米粒子的薄膜的导电面朝下。

3. 权利要求1所述的Sb₂Se₃薄膜对电极材料的制备方法,其特征在于,退火处理是在N₂或Ar气氛下,以2~8℃/min的升温速率,350~550℃的热蒸发温度,热蒸发10min~1h。

4. 权利要求1所述的Sb₂Se₃薄膜对电极材料的制备方法,其特征在于,所述的沉积有碳纳米粒子的薄膜还可以为掺杂氟的SnO₂的透明导电玻璃(FTO),则在步骤(2)中,掺杂氟的SnO₂的透明导电玻璃(FTO)盖在刚玉舟过程中,其导电面朝下,放入气氛炉中,在N₂或Ar气氛下,以2~8℃/min的升温速率,350~550℃的热蒸发温度,热蒸发10min~1h后,等待自然冷却,即可在掺杂氟的SnO₂的透明导电玻璃薄膜上得到Sb₂Se₃薄膜。

5. 权利要求1-4任一项所述的Sb₂Se₃薄膜对电极材料在染料敏化太阳能电池对电极材料上的应用。

一种Sb₂Se₃薄膜对电极材料的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种Sb₂Se₃薄膜对电极材料的制备方法，属于染料敏化太阳能电池对电极制备领域。

背景技术

[0002] 染料敏化太阳能电池(DSSC)是自1991年瑞士科学家M. Grätzel取得突破性进展以来发展起来的一种新型光伏发电器件(参见Nature杂志,1991年,第353卷,第737页)。这种新型的太阳能电池环境友好、制备工艺简单,特别是在低成本方面具有突出优势(参见J. Am. Chem. Soc.杂志,2011年,第133卷,第9304页),成本估算表明只要电池的光电转换效率达到5%就具有应用价值。

[0003] 作为染料敏化太阳能电池的重要组成部分,对电极主要用来收集外电路的光生电子并实现电解质中三碘化物(I₃⁻)的还原,所以导电性和电催化活性是影响对电极材料性能的关键因素。目前高性能的染料敏化太阳能电池主要采用镀贵金属Pt的导电玻璃作为对电极,但是高成本极大地限制了染料敏化太阳能电池大规模器件的研发和广泛应用。研发低成本、高效的非铂对电极一直是该领域的研究热点之一。2009年M. Grätzel组将CoS应用于染料敏化太阳能电池对电极,并获得了与Pt对电极相当的性能,自此,廉价的无Pt对电极材料吸引了研究者们浓厚的研究兴趣。近年来,无机金属化合物,包括金属碳化物、氮化物、氧化物、硫化物和硒化物等对电极材料的研究尤为活跃。其中,金属硒化物如硒化镍(Ni_{0.85}Se)、硒化钴(Co_{0.85}Se)、硒化铁(FeSe₂)和硒化铜(Cu₂Se)等由于高效、廉价、稳定等优点而备受关注,有望应用于染料敏化太阳能电池的大规模生产。金属锑的硫化物Sb₂S₃在对电极方面已显示出较好的电催化性能及应用前景(参见J. Phys. Chem. C杂志,2013年,第117卷,第10285页),但其硒化物Sb₂Se₃目前仅被应用于薄膜太阳能电池材料领域,染料敏化太阳能电池对电极性能仍没有研究。基于以上背景,我们设计通过热蒸发方法制备Sb₂Se₃薄膜,研究发现Sb₂Se₃薄膜具有优异的电催化性能,是一种廉价、高效的新型对电极材料。

发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种新型高效的染料敏化太阳能电池对电极薄膜材料Sb₂Se₃及其制备方法,该材料在碘电解质中表现出优异的电催化性能,且制备工艺简单可控,有望取代贵金属Pt获得高性能染料敏化太阳能电池。

[0005] 本发明的技术方案包括以下步骤:

[0006] 将装有Sb₂Se₃粉体的刚玉舟置于管式炉中,清洗干净的FTO玻璃或沉积有碳纳米粒子的薄膜(导电面朝下)盖在刚玉舟之上,气氛保护下在升温速率2~8°C/min、350~550°C下恒温处理10min~1h,等待自然冷却,即可通过热蒸发方法在FTO玻璃和碳纳米粒子薄膜上得到Sb₂Se₃薄膜。

[0007] 上述方案中:

[0008] Sb₂Se₃粉体的用量为50~100mg,退火气氛为N₂或Ar,管式炉升温速率2~8°C/min,

热蒸发温度350~550℃，热蒸发时间10min~1h，衬底为FTO或碳纳米粒子膜。

[0009] 本发明首次设计并提出在碳纳米粒子薄膜上沉积Sb₂Se₃，可以利用碳纳米粒子薄膜的多孔结构提高沉积效率，并有效释放薄膜应力。

[0010] 本发明的优势在于：

[0011] 1、通过热蒸发Sb₂Se₃粉体的方法制备Sb₂Se₃薄膜，该制备工艺简单快捷，且Sb₂Se₃粉体可重复使用，节省原材料，制备得到的Sb₂Se₃薄膜具有很好的均一性、透光性和可重复性。

[0012] 2、研究表明，Sb₂Se₃薄膜作为一种新型的对电极材料，具有电催化性能高、导电性好的优点。在AM1.5模拟太阳光激发下，以Sb₂Se₃薄膜作为对电极实现的最高光电转换效率为6.1%，与Pt对电极器件的光电转换效率相当(6.2%)。因此，Sb₂Se₃薄膜具有优异的对电极性能，可取代Pt作为新型高效的染料敏化太阳能电池对电极材料。

附图说明

[0013] 图1为水热方法合成的Sb₂Se₃粉体的XRD图谱与标准PDF卡片对比图。

[0014] 图2为Sb₂Se₃粉体的SEM照片。

[0015] 图3为在FTO基底上制备的Sb₂Se₃薄膜的SEM照片。

[0016] 图4为在碳纳米粒子薄膜上制备的Sb₂Se₃薄膜的SEM照片。

[0017] 图5为以实例2制备的Sb₂Se₃薄膜作为对电极测试得到的器件的J-V曲线。

具体实施方式：

[0018] 实例1将50~100mg水热制备的Sb₂Se₃粉体置于刚玉舟中，然后置于管式炉中，清洗干净的FTO玻璃(导电面朝下)盖在刚玉舟之上，气氛保护下在升温速率5℃/min、400~550℃下退火处理30min，自然冷却后在FTO上获得Sb₂Se₃薄膜。

[0019] 图1和2为水热方法合成的Sb₂Se₃粉体的XRD图谱与标准PDF卡片对比图以及SEM照片，对比结果表明我们热蒸发方法所使用的粉体为纯相Sb₂Se₃，形貌为棒状。图3为该实例下在FTO基底上制备的Sb₂Se₃薄膜SEM照片，由图片看出，以FTO为基底时，Sb₂Se₃负载量较少，未在FTO表面形成明显分布。

[0020] 实例2将50mg水热制备的Sb₂Se₃粉体置于刚玉舟中，然后置于管式炉中，将沉积有碳纳米粒子的薄膜盖在刚玉舟之上，气氛保护下在升温速率5℃/min、450℃下退火处理10min~1h，自然冷却后在碳纳米粒子薄膜上获得Sb₂Se₃薄膜。

[0021] 图4为该实例下在碳纳米粒子薄膜上制备的Sb₂Se₃薄膜SEM照片，由该图片可以看出，相比于FTO基底，Sb₂Se₃可以在碳纳米粒子薄膜表面实现均匀负载。

[0022] 图5为以该实例下制备的Sb₂Se₃薄膜作为染料敏化太阳能电池对电极，在AM1.5模拟太阳光照射下测试得到的器件J-V曲线。从图中可以计算出，Sb₂Se₃薄膜器件光电转换效率为6.1%，与Pt器件(6.2%)相比，证明了Sb₂Se₃薄膜优异的对电极性能，有望取代Pt作为新型高效的染料敏化太阳能电池对电极材料。

[0023] 实例3将50mg水热制备的Sb₂Se₃粉体置于刚玉舟中，然后置于管式炉中，将沉积有碳纳米粒子的薄膜盖在刚玉舟之上，气氛保护下在升温速率5℃/min、400~550℃下退火处理30min，自然冷却后在碳纳米粒子薄膜上获得Sb₂Se₃薄膜。

[0024] 实例4将100mg水热制备的Sb₂Se₃粉体置于刚玉舟中,然后置于管式炉中,将沉积有碳纳米粒子的薄膜盖在刚玉舟之上,气氛保护下在升温速率8℃/min、500℃下退火处理30min,自然冷却后在碳纳米粒子薄膜上获得Sb₂Se₃薄膜。

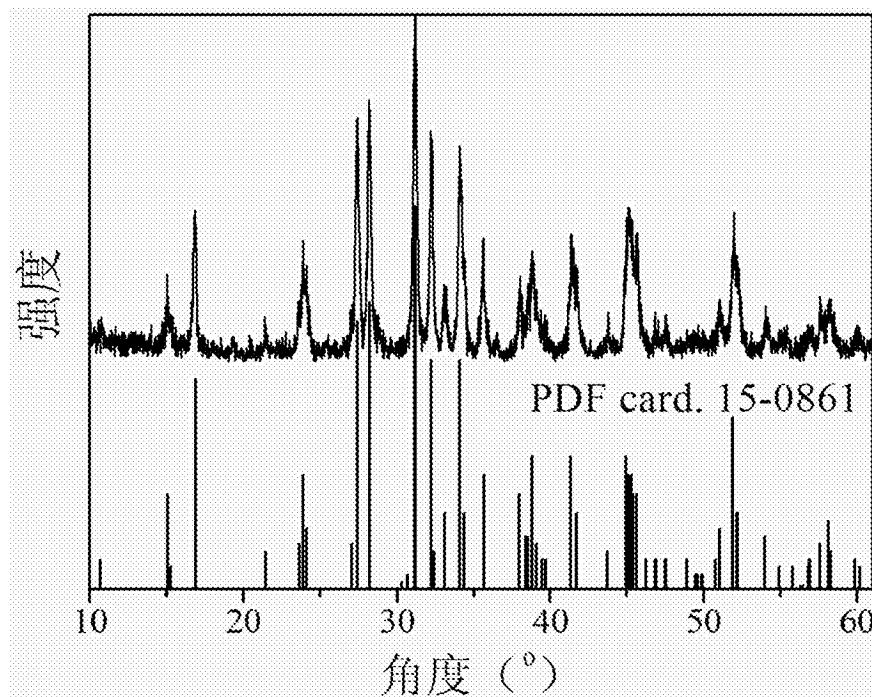


图 1

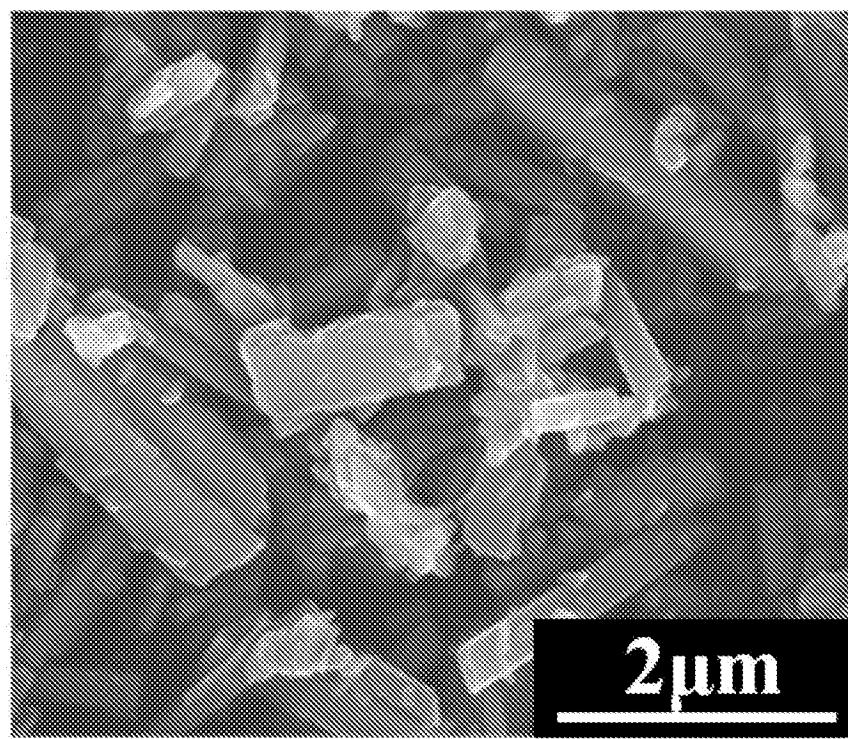


图 2

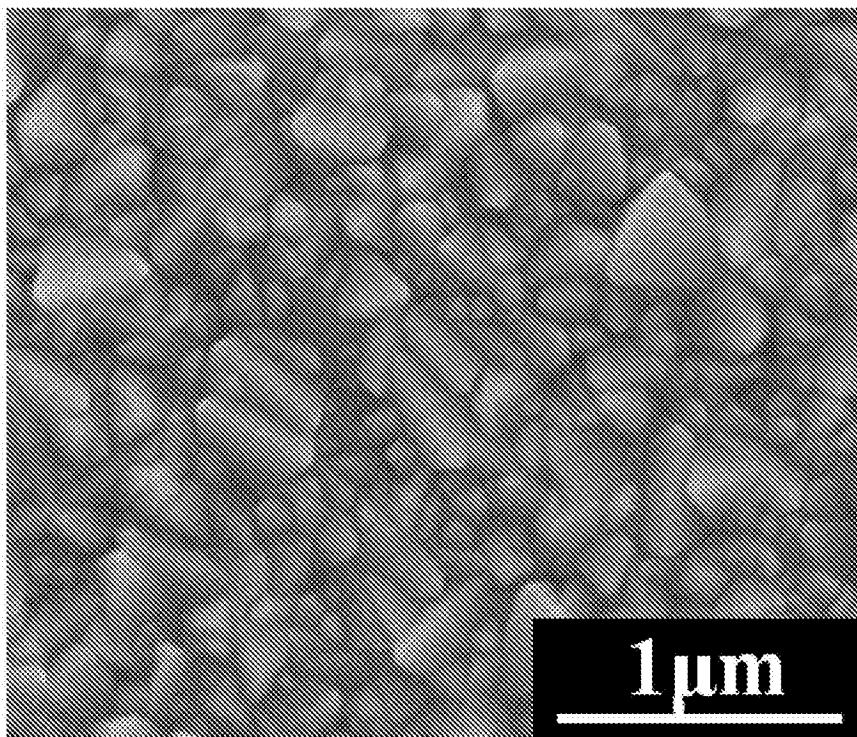


图 3

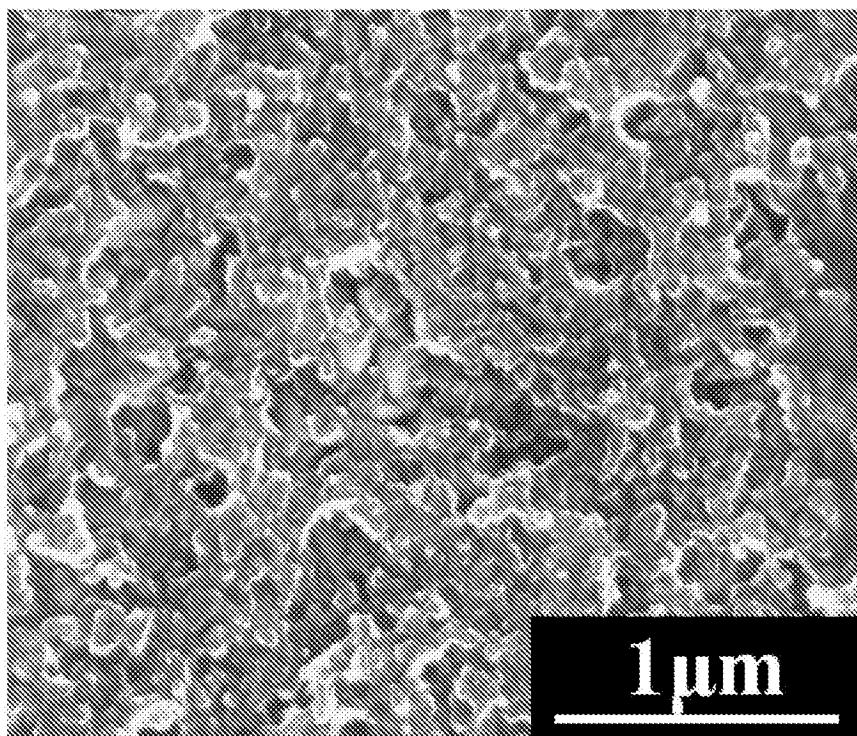


图 4

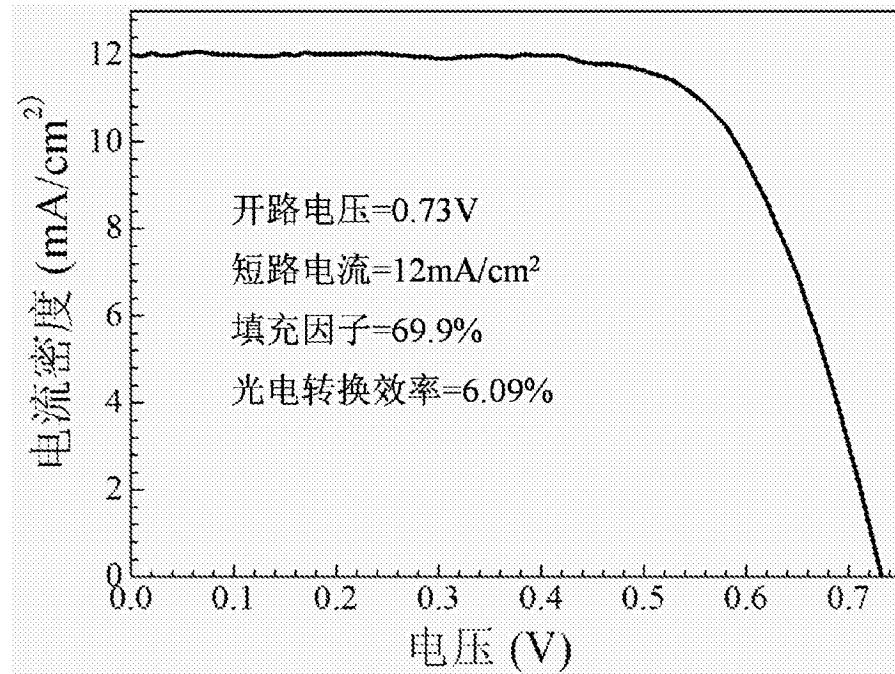


图 5