

色素増感太陽電池における焼結方法に関する研究

Study of Sintering Method in DSC

藤澤圭祐
井組裕貴

キーワード：DSC, TiO_2 , 真空バギング装置, 低温焼結, フレキシブル

1. はじめに

現在、IoT化が多くのデバイスで進んでいる。そのため、身の回りの様々なエネルギーを獲得するエネルギーハーベスティングが注目されている。そこで、室内灯からでも発電できることや、有害物質を用いないことから色素増感太陽電池（以下DSC）が期待されている。また、DSCはより多様な曲面への設置を目的としたフレキシブル化の研究が盛んであり、加圧法¹⁾等の方法で TiO_2 の低温焼結を達成しているが、曲面形状での TiO_2 低温焼結の方法として、本研究室は真空バギング法²⁾を提案している（Fig. 1）。

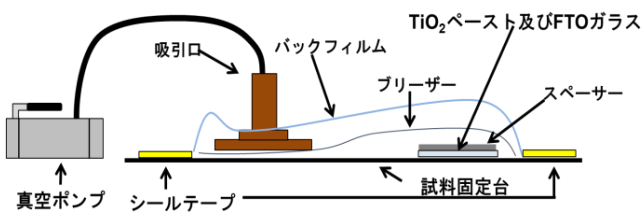


Fig. 1 真空バギング装置（従来）

真空バギング法とは、焼結時の試験片周りを密閉し、雰囲気真空にすることで低温焼結を達成した。しかしながら、密閉工程、真空工程、焼結工程にそれぞれ問題点が生じている。密閉工程では、 TiO_2 ペーストとバックフィルムの干渉が生じてしまうため、専用のスペーサーを作成しなければならないこと。また、耐熱テープを使用しているため、連続しての真空維持が困難であったこと。真空工程ではバックフィルムと鉄板が張りつくことにより試験片に荷重がかかり、試験片が破損してしまう可能性があること。焼結工程では、炉のサイズが大きいため、焼結温度が均一になるために時間がかかり、焼結時間にムラが生じる可能性があること。以上の問題点を改善するため、新たな真空バ

ギング装置を開発することにより、作製の簡易化および焼結状態の安定化、作製コストの低減化が可能な低温焼結DSCの作成を目的とする。

2. 実験装置

開発した真空バギング装置はFig. 2, 3となる。密閉ステンレス容器に真空装置を取り付ける。容器の外側にリボンヒーターを巻き付け、容器内の温度を 120°C 以下に設定し、低温焼結を行う。温度測定には熱電対を使用し、密閉を維持するために真空ゴムチューブ内に熱電対を通し、蓋をした。

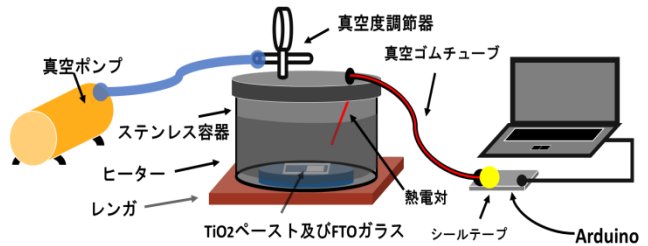


Fig. 2 真空バギング装置



Fig. 3 真空バギング装置（写真）

3. 実験方法

TiO_2 、ポリエチレングリコール、酢酸、イオン交換水を小型自動攪拌機により攪拌し、作成した TiO_2 ペーストをスキージ法により試験片に塗布する。塗布面積は $15\text{mm} \times 15\text{mm}$ とした。出来上がった試験片を真空バギング装置の中に設置し、真空ポンプで容器内の真空処理を行った。真空度を-

80[KPa]、温度を 80[°C]、120[°C]を作成した。

4. 評価方法

TiO₂ の結晶構造を XRD(Rigaku: RINT2000)により測定した。測定条件は、出力を 40[kV]、100[mA]とし、スキャンスピードを 1[deg/min]、サンプリング幅を 0.020 とした。なお開始角は 10.00° にし、終了角度は 80.00° とした。表面構造の観測に SEM(JEOL:JCM-5100)を使用した。観察前に金属スパッタ処理を施している。測定条件は、電圧 20[kV]とし、測定時の倍率は 14000 倍とした。

5.1 結晶構造

今回作製した試験片の結晶構造を比較した。Fig. 4 に XRD の結果、Fig. 8 に TiO₂ の結晶構造を示す。アナターゼ型の最大ピーク角は従来の焼結と同じ角度に生じ、 $2\theta = 25.28^\circ$ に対し、全ての試験片の最大ピーク角が $2\theta = 25.30^\circ \sim 25.32^\circ$ の範囲である。その他のピーク角においても $2\theta = 37.8^\circ$ 、 48.0° 、 53.9° 、 55.1° 、 62.7° とピークとなっている。新しいバギング装置によるピーク角も同様に、ほぼ同じ場所にピーク角が生じている。そのため、両焼結方法はアナターゼ型の結晶構造と言える。

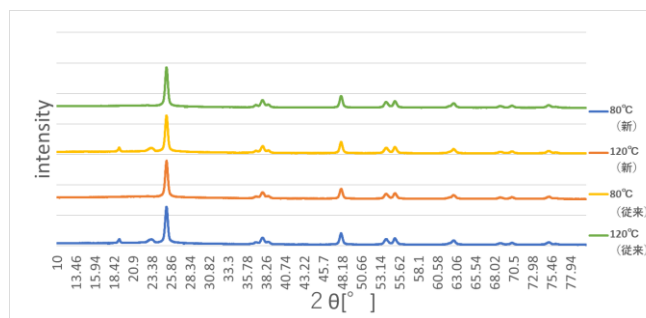


Fig. 4 XRD による結晶構造

5.2 表面構造

SEM での表面観察の結果として、新たな真空バギング装置と従来の手法との焼結後の DSC と比較した。従来の真空バギング法の表面構造は凹凸があり、ポリエチレングリコールが焼失し、多孔質が達成できているがわかる。新たな真空バギング法の表面構造も、従来と同じように凹凸があり多孔質

化が達成できている (Fig. 5、Fig. 6)。

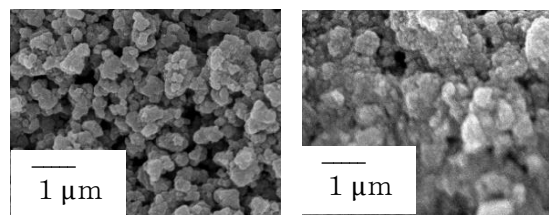


Fig. 5 80°C (従来)

Fig. 6 80°C (新)

6. 結論・まとめ

今回の実験では、新たな真空バギング装置と従来の真空バギング装置との比較を行った。XRD 及び SEM での観察により、従来と同等の結晶構造、表面構造での焼結が確認できた。したがって、作製の簡易化および焼結状態の安定化、作製コストの低減化が可能な低温焼結 DSC の作成が可能になったと言える。

7. 参考文献

- 1) 荒川裕則・山田岳志, 加圧法により作成した高性能なプラスチック基板型色素増感太陽電池, 特集太陽電池の最前線, 精密工学会 vol. 76, 2010 年 7 月
- 2) 八木貫太, 真空バギング法における TiO₂ の低温焼結の提案 2018 年 2 月