

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 3 区分

【発行日】平成25年10月3日 (2013.10.3)

【公表番号】特表2013-512311(P2013-512311A)

【公表日】平成25年4月11日 (2013.4.11)

【年通号数】公開・登録公報2013-017

【出願番号】特願2012-541134(P2012-541134)

【国際特許分類】

C 0 9 C 1/00 (2006.01)

C 0 9 C 3/06 (2006.01)

C 0 9 C 3/08 (2006.01)

C 0 9 D 11/00 (2006.01)

C 0 9 D 201/00 (2006.01)

C 0 9 D 7/12 (2006.01)

C 0 9 D 5/16 (2006.01)

C 0 9 D 5/24 (2006.01)

C 0 1 G 3/12 (2006.01)

C 0 1 G 3/00 (2006.01)

【 F I 】

C 0 9 C 1/00

C 0 9 C 3/06

C 0 9 C 3/08

C 0 9 D 11/00

C 0 9 D 201/00

C 0 9 D 7/12

C 0 9 D 5/16

C 0 9 D 5/24

C 0 1 G 3/12

C 0 1 G 3/00

【手続補正書】

【提出日】平成25年8月13日 (2013.8.13)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

- (a) 2 つ以上の金属塩および 1 つ以上の配位子を含む第 1 水性溶液を提供する工程と ;
- (b) 任意選択的に、p H 調整物質を添加して第 2 水性溶液を形成する工程と ;
- (c) 前記第 1 または第 2 水性溶液をカルコゲン源と組み合わせて反応混合物を提供する工程と ;
- (d) 前記反応混合物を攪拌しておよび任意選択的に加熱して金属カルコゲニドナノ粒子を生成する工程と ;
- (e) 前記金属カルコゲニドナノ粒子を前記反応混合物から任意選択的に単離する工程と ;
- (f) 前記単離された金属カルコゲニドナノ粒子を約 3 5 0 ~ 8 0 0 の温度に任意

選択的に加熱して結晶性金属カルコゲニドナノ粒子を提供する工程とを含む方法。

【請求項 2】

請求項 1 に記載の方法によって製造される金属カルコゲニドナノ粒子。

【請求項 3】

請求項 1 に記載の方法によって製造される結晶性金属カルコゲニドナノ粒子。

【請求項 4】

(a) 約 2 重量% ~ 約 80 重量% の請求項 2 に記載の金属カルコゲニドナノ粒子；および

(b) 約 20 ~ 約 98 重量% の流体媒体を含むインク。

【請求項 5】

(a) 請求項 4 に記載の前記インクを基板上に堆積させる工程であって、前記基板が、

(i) ベースフィルム；および

(ii) 任意選択的に、前記ベースフィルム上に配置された導電性コーティングを含む工程と；

(b) 前記流体媒体を除去して粒子コートド基板を提供する工程と；

(c) 前記粒子コートド基板を加熱してアニール処理コーティングを前記基板上に提供する工程と；

(d) 1 つ以上の層を、層状配列で前記アニール処理コーティング上へ堆積させる工程であって、前記層が、緩衝層、トップ接触層、電極パッドおよび任意選択の反射防止コーティング層からなる群から選択される工程とを含む方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0141

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0141】

実施例 1 K において製造された粒子の 0.20 g 試料を、0.8 g の 1 重量% PVP のメタノール溶液に加えて 20 重量% 固形分インクを与えた。このインクを 15 分間チップ超音波処理し (tip-sonicate)、次に 1 分間浴超音波処理した (bath-sonicate)。インクを清浄な顕微鏡スライド上へ棒コートし、5 分間 60 ° のホットプレート上で乾燥させた。(棒コーティングの前に、顕微鏡スライドを、アセトン、水、次にメタノールでリンスすることによって清浄にし、空気中で乾燥させ、次に 2 分間 Ar プラズマで処理した)。コートドスライドを、2 時間 550 ° の N₂/硫黄雰囲気中で熱アニール処理した。XRD は、一結晶相において試料中に存在する高結晶化度ケステライトを示した。XAS 分析は、フィルム中に 99% 超の CZTS からなる、超高純度材料組成を明らかにした。組み合わせ XRD および XAS 分析は、フィルムのすべての粒子が結晶性であり、ケステライト構造で特徴付けられることを示す。

以下、本明細書に記載の主な発明につき列記する。

[1]

(a) 2 つ以上の金属塩および 1 つ以上の配位子を含む第 1 水性溶液を提供する工程と；

(b) 任意選択的に、pH 調整物質を添加して第 2 水性溶液を形成する工程と；

(c) 前記第 1 または第 2 水性溶液をカルコゲン源と組み合わせて反応混合物を提供する工程と；

(d) 前記反応混合物を攪拌しておよび任意選択的に加熱して金属カルコゲニドナノ粒子を生成する工程と；

(e) 前記金属カルコゲニドナノ粒子を前記反応混合物から任意選択的に単離する工程と；

(f) 前記単離された金属カルコゲニドナノ粒子を約 3 5 0 ~ 8 0 0 の温度に任意選択的に加熱して結晶性金属カルコゲニドナノ粒子を提供する工程とを含む方法。

[2]

前記 2 つ以上の金属塩が銅塩、スズ塩、および任意選択的に亜鉛塩を含む、前記 [1] に記載の方法。

[3]

前記 2 つ以上の金属塩が銅塩、インジウム塩および任意選択的にガリウム塩を含む、前記 [1] に記載の方法。

[4]

前記反応混合物が約 1 0 0 以下の温度に加熱される、前記 [1] に記載の方法。

[5]

前記カルコゲン源が、硫化水素、セレン化水素、アルカリ金属硫化物、アルカリ金属セレン化物、チオン含有化合物、およびセレン含有化合物からなる群から選択される、前記 [1] に記載の方法。

[6]

前記配位子が、アミン、アンモニア、アンモニウム塩、チオール、セレノール、有機酸、有機酸の塩、およびそれらの混合物からなる群から選択される、前記 [1] に記載の方法。

[7]

p H 調整物質が存在し、前記 p H が約 4 ~ 約 0 であるように調整される、前記 [1] に記載の方法。

[8]

前記 [1] に記載の方法によって製造される金属カルコゲニドナノ粒子。

[9]

前記 [1] に記載の方法によって製造される結晶性金属カルコゲニドナノ粒子。

[1 0]

銅スズ硫化物 / セレン化物、銅亜鉛スズ硫化物 / セレン化物、銅インジウムガリウム硫化物 / セレン化物、銅インジウム硫化物 / セレン化物、またはそれらの混合物を含む前記 [8] に記載の金属カルコゲニドナノ粒子。

[1 1]

(a) 約 2 重量 % ~ 約 8 0 重量 % の前記 [8] に記載の金属カルコゲニドナノ粒子 ; および

(b) 約 2 0 ~ 約 9 8 重量 % の流体媒体を含むインク。

[1 2]

分散剤、界面活性剤、バインダー、配位子、キャッピング基、界面活性剤、消泡剤、元素カルコゲン、およびドーパントからなる群から選択される約 1 0 重量 % 以下の 1 つ以上の添加剤をさらに含む、前記 [1 1] に記載のインク。

[1 3]

前記流体媒体が、水、芳香族化合物、複素環式芳香族化合物、アルカン、ニトリル、エーテル、ケトン、エステル、アセテート、アミド、アミン、チオール、カルボン酸、有機ハロゲン化物、およびアルコールからなる群から選択される 1 つ以上の液体を含む、前記 [1 1] に記載のインク。

[1 4]

前記結晶性金属カルコゲニドナノ粒子が、銅スズ硫化物 / セレン化物、銅亜鉛スズ硫化物 / セレン化物、銅インジウムガリウム硫化物 / セレン化物、銅インジウム硫化物 / セレン化物、またはそれらの混合物を含む、前記 [1 1] に記載のインク。

[1 5]

(a) 前記 [1 1] に記載の前記インクを基板上に堆積させる工程であって、前記基板が、

(i) ベースフィルム ; および

(i i) 任意選択的に、前記ベースフィルム上に配置された導電性コーティングを含む工程と ;

(b) 前記流体媒体を除去して粒子コーテッド基板を提供する工程と ;

(c) 前記粒子コーテッド基板を加熱してアニール処理コーティングを前記基板上に提供する工程と ;

(d) 1 つ以上の層を、層状配列で前記アニール処理コーティング上へ堆積させる工程であって、前記層が、緩衝層、トップ接触層、電極パッドおよび任意選択の反射防止コーティング層からなる群から選択される工程とを含む方法。

[1 6]

前記トップ接触層が透明な導電性酸化物である、前記 [1 5] に記載の方法。