



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 107359246 B

(45)授权公告日 2020.04.28

(21)申请号 201710468541.0

H01L 51/46(2006.01)

(22)申请日 2017.06.20

H01L 51/48(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 107359246 A

(56)对比文件

CN 106384785 A,2017.02.08,

CN 106384785 A,2017.02.03,

CN 104934304 A,2015.09.23,

(43)申请公布日 2017.11.17

(73)专利权人 太原理工大学

地址 030024 山西省太原市万柏林区迎泽西大街79号

Jiang Liu等.Improved Crystallization of Perovskite Films by Optimized Solvent Annealing for High Efficiency Solar Cell.《Applied Materials & Interfaces》.2015,第7卷

(72)发明人 郝玉英 李仕奇 刘红利 孙钦军

李战峰 崔艳霞

审查员 舒露锋

(74)专利代理机构 太原市科瑞达专利代理有限公司

公司 14101

代理人 李富元

(51)Int.Cl.

H01L 51/42(2006.01)

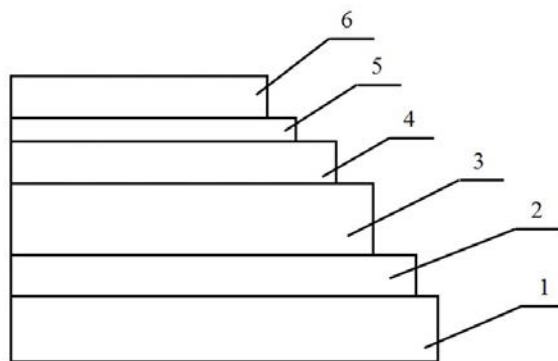
权利要求书1页 说明书5页 附图2页

(54)发明名称

一种甲胺铅碘钙钛矿太阳能电池的制作方法

(57)摘要

本发明涉及太阳能电池领域。一种甲胺铅碘钙钛矿太阳能电池的制作方法,光敏层为甲胺铅碘钙钛矿薄膜,甲胺铅碘钙钛矿薄膜是通过旋涂工艺、滴加反溶剂清洗工艺并结合溶剂退火工艺制成的,旋涂工艺是指把甲胺铅碘钙钛矿CH₃NH₃PbI₃前驱液旋涂到PEDOT:PSS薄膜上的过程,反溶剂清洗工艺是在旋涂CH₃NH₃PbI₃甲胺铅碘钙钛矿前驱液过程中,通过滴加反溶剂戊醇促使钙钛矿快速结晶并析出的过程,反溶剂戊醇为仲戊醇或叔戊醇。本发明所采用的制备工艺简单,可制得高效率、重复性好、无迟滞现象的甲胺铅碘钙钛矿太阳能电池。



1. 一种甲胺铅碘钙钛矿太阳能电池的制作方法,其特征在于:以沉积有一层均匀的厚度为100 nm的铟锡氧化物ITO薄膜的玻璃基底作为电池的阳极,在ITO薄膜上再沉积一层厚度为20-30 nm的聚(3,4-乙烯二氧噻吩)-聚苯乙烯磺酸PEDOT:PSS薄膜作为空穴传输层,在PEDOT:PSS薄膜上再沉积一层光敏层,在光敏层上再沉积一层厚度为40-50 nm的[6,6]-苯基C₆₀-丁酸甲酯PC₆₀BM作为电子传输层,然后在电子传输层上面再沉积一层厚度为1-5 nm的[4,7]-二苯基-[1,10]-菲罗啉Bphen作为界面修饰层,最后通过真空热蒸镀在界面修饰层上蒸镀一层厚度为100 nm的连续的铝膜或银膜作为电池的阴极;光敏层为甲胺铅碘钙钛矿薄膜,甲胺铅碘钙钛矿薄膜是通过旋涂工艺、滴加反溶剂清洗工艺并结合溶剂退火工艺制成的,旋涂工艺是指把甲胺铅碘钙钛矿CH₃NH₃PbI₃前驱液旋涂到PEDOT:PSS薄膜上的过程,反溶剂清洗工艺是在旋涂CH₃NH₃PbI₃甲胺铅碘钙钛矿前驱液过程中,通过滴加反溶剂戊醇促使钙钛矿快速结晶并析出的过程,反溶剂戊醇为仲戊醇或叔戊醇,开始旋涂CH₃NH₃PbI₃钙钛矿薄膜后7-11 s时将反溶剂戊醇直接滴加CH₃NH₃PbI₃钙钛矿薄膜上清洗一次,反溶剂戊醇用量200-600μL。

2. 根据权利要求1所述的一种甲胺铅碘钙钛矿太阳能电池的制作方法,其特征在于:溶剂退火工艺是指首先采用短暂退火然后采用溶剂辅助退火,短暂退火是将反溶剂清洗后的薄膜置于65 °C的加热台上加热10-30s,溶剂辅助退火是在大气环境中营造小区域的DMSO气氛环境并将短暂退火后的薄膜置于该区域内在100 °C温度持续加热20 min。

3. 根据权利要求1所述的一种甲胺铅碘钙钛矿太阳能电池的制作方法,其特征在于:甲胺铅碘钙钛矿CH₃NH₃PbI₃前驱液是把甲基碘化胺CH₃NH₃I和碘化铅PbI₂共同溶于N,N-二甲基甲酰胺DMF和二甲基亚砷DMSO混合溶剂中而形成的一种金黄色的溶液,甲基碘化胺CH₃NH₃I和碘化铅PbI₂的摩尔比为1.05:1,N,N-二甲基甲酰胺DMF和二甲基亚砷DMSO的体积比为9:1,甲基碘化胺CH₃NH₃I在N,N-二甲基甲酰胺DMF和二甲基亚砷DMSO混合溶剂中的摩尔浓度为2.1 mol/L。

4. 根据权利要求1所述的一种甲胺铅碘钙钛矿太阳能电池的制作方法,其特征在于:空穴传输层的制作过程为,将购得的PEDOT:PSS与去离子水按照体积比3:2进行稀释,然后采用溶液旋涂法成膜后在空气中热处理制得,旋涂速率为4000rpm,旋涂时间为30-40 s,热处理温度为150 °C,加热时间为10-15 min。

一种甲胺铅碘钙钛矿太阳能电池的制作方法

技术领域

[0001] 本发明涉及太阳能电池领域。

背景技术

[0002] 钙钛矿太阳能电池是一种有机-无机杂化钙钛矿型太阳能电池,其光敏层是一种有机-无机杂化钙钛矿型材料,化学式为 ABX_3 (A: $CH_3NH_3^+$; B: Pb^{2+} ; X: I^- 、 Cl^- 等卤族元素离子), ABX_3 晶胞结构为三维八面体, $CH_3NH_3^+$ 位于八面体顶点, Pb^{2+} 在体心,卤族元素离子在面心。

[0003] 近年来,为了解决日益严峻的能源和环境问题,人们把目光投向了新能源的开发和利用上。在各种新能源中,太阳能光伏发电无疑是最有前景的方向之一。传统的硅基太阳能电池虽然实现了产业化,但其性价比还无法与传统能源相竞争,并且在制备过程中污染和能耗问题影响了其广泛应用,因而研究和发展高效率、低成本的新型太阳能电池十分必要。在众多的新型太阳能电池里,钙钛矿太阳能电池由于其结构简单、易加工、成本低廉、可大面积制备等优点脱颖而出,受到了广泛关注。

[0004] 钙钛矿($CH_3NH_3PbI_3$)具有窄带隙、高载流子迁移率以及较小的激子结合能等优点,使其具有极强的吸光性,较长的载流子扩散长度以及很长的载流子寿命。2009年,初次制备钙钛矿太阳能电池取得成功【Chem. Soc. 2009, 131】,其光电转换效率为3.9%。短短几年间钙钛矿电池取得飞跃式的进展,目前为止,经认证以其作为光吸收材料的太阳能电池光电转化效率已达21.6%【Science. 2016, 354】。但其制备条件要求严格,对制备环境敏感,可重复性较差。因此研发高效、环保、简易、低廉、重复性好的钙钛矿太阳能电池具有重要的意义

[0005] 近来一种名为“溶剂工程”的方法被运用于制备钙钛矿太阳能电池。2014年,韩国成均馆大学Sang Il Seok团队发现在旋涂活性层的过程中滴加甲苯,甲苯极性弱,对于钙钛矿溶解性差,因而起到了反溶剂的作用,当用甲苯清洗光敏层时,钙钛矿晶粒会迅速析出,形成甲基碘化铵-碘化铅-二甲基亚砷($CH_3NH_3I-PbI_2-DMSO$)中间相,通过这种方法制得的电池光敏层中晶粒更加致密,尺寸也会更大,因此缺陷更少,有利于激子的解离与传输,进而提高光电转换效率,通过这种方法制得的电池效率达16.2%,并且没有明显的迟滞效应【Nat. Mater. 2014, 13】。同年,澳大利亚莫纳什大学的L. Spiccia团队发现氯苯可以诱导钙钛矿层快速结晶,通过氯苯清洗制得了约14%光电转换效率的电池【Angew. Chem. 2014, 126】。但是甲苯、氯苯毒性较大,当运用在大规模制备过程时产生的废液会对人体和环境带来巨大的危害,并且甲苯、氯苯对于极性溶剂二甲基甲酰胺DMF、二甲基亚砷DMSO清洗能力有限,清洗后光敏层中很容易残余部分溶剂,造成孔洞,形成新的缺陷复合中心,所制得的薄膜表面也十分粗糙,因此寻找一种环保且高效的反溶剂作为甲苯、氯苯的替代物具有重要的意义。乙醚相对于甲苯、氯苯来说毒性较小,是一较有希望的新型反溶剂。2015年,韩国首尔国立大学的Nam-Gyu Park和Mansoo Choi团队在旋涂活性层的过程中滴加乙醚,通过移去二甲基甲酰胺DMF,形成甲基碘化铵·碘化铅·二甲基亚砷($MAI \cdot PbI_2 \cdot$

DMSO)加合物,最终获得了18.3%的光电转化效率【J. Am. Chem. Soc. 2015, 137】。但乙醚沸点低,常温下挥发迅速,导致在电池制备中其用量难以控制,大量的乙醚又难以储存且极易发生爆炸,是一种较为危险的溶剂,根据《危险化学品安全管理条例》、《易制毒化学品管理条例》乙醚属于受国家公安部门管制药品,因而人们将目光投向更加环保,且危险性低的醇类溶剂。醇类溶剂的极性较强,对钙钛矿表面往往会有破坏作用,制备器件时具有一定的技术难度,南昌大学Yiwang Chen团队尝试用异丙醇一步法制备钙钛矿薄膜,仅取得了6.6%的电池效率【Solar Energy Materials&SolarCells. 2016, 155, 166-175】,太原理工大学的张帆等人将仲丁醇作为反溶剂,经过清洗、浸泡等多步反溶剂处理制得了最高效率14%的钙钛矿太阳能电池【J. Mater. Chem. A. 2016, 4】。台湾科技大学的Yian Tai组则将异丙醇作为反溶剂运用于工艺更加复杂的两步法制备钙钛矿太阳能电池中,获得了15%的平均光电转化效率【ACS Appl. Mater. Interfaces. 2017, 9】。异丙醇由于溶剂极性高,对光敏层产生了一定的破坏作用,性能较差,将其用于两步法制备过程繁琐、对湿度敏感,不利于产业化生产,仲丁醇则需要严格的清洗浸泡优化过程,且其在制备过程中会消耗过多的甲基碘化胺,造成原材料的浪费,且性能改善并不突出。

发明内容

[0006] 本发明所要解决的技术问题是:如何解决背景技术中的相关问题。

[0007] 本发明所采用的技术方案是:一种甲胺铅碘钙钛矿太阳能电池的制作方法,以沉积有一层均匀的厚度为100 nm的铟锡氧化物ITO薄膜的玻璃基底作为电池的阳极,在ITO薄膜上再沉积一层厚度为20-30 nm的聚(3, 4-乙烯二氧噻吩)-聚苯乙烯磺酸PEDOT:PSS薄膜作为空穴传输层,在PEDOT:PSS薄膜上再沉积一层光敏层,在光敏层上再沉积一层厚度为40-50 nm的[6, 6]-苯基C₆₀-丁酸甲酯PC₆₀BM作为电子传输层,然后在电子传输层上面再沉积一层厚度为1-5 nm的[4,7]-二苯基-[1,10]-菲啉Bphen作为界面修饰层,最后通过真空热蒸镀在界面修饰层上蒸镀一层厚度为100 nm的连续的铝膜或银膜作为电池的阴极;光敏层为甲胺铅碘钙钛矿薄膜,甲胺铅碘钙钛矿薄膜是通过旋涂工艺、滴加反溶剂清洗工艺并结合溶剂退火工艺制成的,旋涂工艺是指把甲胺铅碘钙钛矿CH₃NH₃PbI₃前驱液旋涂到PEDOT:PSS薄膜上的过程,反溶剂清洗工艺是在旋涂CH₃NH₃PbI₃甲胺铅碘钙钛矿前驱液过程中,通过滴加反溶剂戊醇促使钙钛矿快速结晶并析出的过程,反溶剂戊醇为仲戊醇或叔戊醇,开始旋涂CH₃NH₃PbI₃钙钛矿薄膜后7-11 s时将反溶剂戊醇直接滴加CH₃NH₃PbI₃钙钛矿薄膜上清洗一次,反溶剂戊醇用量200-600μL。

[0008] 作为一种优选方式:溶剂退火工艺是指首先采用短暂退火然后采用溶剂辅助退火,短暂退火是将反溶剂清洗后的薄膜置于65℃的加热台上加热10-30s,溶剂辅助退火是在大气环境中营造小区域的DMSO气氛环境并将短暂退火后的薄膜置于该区域内在100℃温度持续加热20 min。溶剂退火工艺使得甲胺铅碘钙钛矿CH₃NH₃PbI₃的晶粒结构大小均匀,提高电池了的效率。

[0009] 作为一种优选方式:甲胺铅碘钙钛矿CH₃NH₃PbI₃前驱液是把甲基碘化胺CH₃NH₃I和碘化铅PbI₂共同溶于N,N-二甲基甲酰胺DMF和二甲基亚砷DMSO混合溶剂中而形成的一种金黄色的溶液,甲基碘化胺CH₃NH₃I和碘化铅PbI₂的摩尔比为1.05:1,N,N-二甲基甲酰胺DMF和二甲基亚砷DMSO的体积比为9:1,甲基碘化胺CH₃NH₃I在N,N-二甲基甲酰胺DMF和二甲基亚砷

DMSO混合溶剂中的摩尔浓度为2.1 mol/L。

[0010] 作为一种优选方式：将购得的PEDOT:PSS(从德国 Heraeus公司购买,型号:AI4083,)与去离子水按照体积比3:2进行稀释,然后采用溶液旋涂法成膜后在空气中热处理制得,旋涂速率为4000rpm,旋涂时间为30-40 s,热处理温度为150 °C,加热时间为10-15 min。

[0011] 本发明的有益效果是：本发明使用了反溶剂戊醇(具体为仲戊醇和叔戊醇),该醇类溶剂相对于前人所用醇类溶剂极性较弱,并不会破坏光敏层表面,与甲苯、氯苯、乙醚等非极性溶剂相比其清洗能力更为突出,所制得的薄膜表面更平整致密。戊醇低毒性,易储存,安全系数高,又极其适合大规模工业制造,且本发明所采用的制备工艺简单,热处理过程均未超过100°C,最终可制得高效率、重复性好、无迟滞现象的甲胺铅碘钙钛矿太阳能电池。因此,本发明为高效、环保、简易、低廉、重复性好的钙钛矿太阳能电池的研发提供了一种有效方案。

附图说明

[0012] 图1是甲胺铅碘钙钛矿太阳能电池结构；

[0013] 图2反溶剂清洗工艺过程中使用仲戊醇的 $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ 钙钛矿薄膜扫描电子显微像(SEM)。

[0014] 图3反溶剂清洗工艺过程中使用仲戊醇的 $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ 钙钛矿薄膜x射线衍射谱(XRD)。

[0015] 其中,1、作为阳极的ITO薄膜,2、作为空穴传输层的PEDOT:PSS薄膜,3、由 $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ 晶粒构成的光敏层,4、作为电子传输层的 PC_{60}BM 薄膜,5、作为界面修饰层的Bphen,6、作为阴极的银膜或铝膜。

具体实施方式

[0016] 实施例1

[0017] 如图1所示,铟锡氧化物(ITO)阳极的厚度为100 nm,ITO玻璃基底为厂商购买;空穴传输层聚(3,4-乙烯二氧噻吩)-聚苯乙烯磺酸(PEDOT:PSS)从德国Heraeus公司购买,型号:AI4083,将购得的PEDOT:PSS与去离子水按照体积比3:2进行稀释,然后采用溶液旋涂法成膜,然后在空气中热处理制得,旋涂速率为4000rpm,旋涂时间为30-40s,热处理温度为150 °C,加热时间为10-15 min,PEDOT:PSS薄膜的厚度为20-30 nm,光敏层是 $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ 钙钛矿薄膜,是由甲基碘化胺($\text{CH}_3\text{NH}_3\text{I}$)、碘化铅(PbI_2)按照摩尔比1.05:1溶解于N,N-二甲基甲酰胺(DMF)和二甲基亚砜(DMSO)混合溶剂中,形成 $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ 钙钛矿前驱液,然后通过旋涂、清洗工艺并结合退火处理工艺制成的, $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ 钙钛矿前驱液由甲基碘化胺($\text{CH}_3\text{NH}_3\text{I}$)、碘化铅(PbI_2)按照摩尔比1.05:1溶解于N,N-二甲基甲酰胺(DMF)和二甲基亚砜(DMSO)混合溶剂中形成的一种金黄色的溶液,N,N-二甲基甲酰胺(DMF)和二甲基亚砜(DMSO)混合溶剂的体积比为9:1,甲基碘化胺($\text{CH}_3\text{NH}_3\text{I}$)在N,N-二甲基甲酰胺(DMF)和二甲基亚砜(DMSO)混合溶剂中的摩尔浓度为2.1 mol/L,碘化铅(PbI_2)在N,N-二甲基甲酰胺(DMF)和二甲基亚砜(DMSO)混合溶剂中的摩尔浓度为2.0 mol/L, $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ 钙钛矿薄膜的制备方法是:利用溶液旋涂法在ITO/PEDOT:PSS基底上旋涂 $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ 钙钛矿前驱液,旋涂

速率为6000-6500 rpm,旋涂时间为30-40 s,在此旋转期间滴加反溶剂戊醇(仲戊醇或叔戊醇)清洗一次,待样品旋转结束后进行退火处理。

[0018] 反溶剂戊醇(仲戊醇或叔戊醇)清洗过程,是在旋涂 $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ 钙钛矿薄膜的过程中进行的,于开始旋涂 $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ 钙钛矿薄膜后7-11 s时将戊醇(仲戊醇或叔戊醇)直接滴加 $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ 钙钛矿薄膜上清洗一次,戊醇(仲戊醇或叔戊醇)用量200-600 μL ,清洗过程控制在1-3 s内完成,此过程中钙钛矿快速结晶并析出,初步形成平整致密的光敏层薄膜,清洗时间用多功能计时器来计时,退火处理是将旋涂清洗后的 $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ 钙钛矿薄膜放在65 $^\circ\text{C}$ 热台上短暂加热10-30 s,紧接着在DMSO气氛(含空气)中、温度100 $^\circ\text{C}$ 下退火20 min,

[0019] $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ 钙钛矿前驱液,其用量根据旋涂面积大小而定,以前驱液能均匀覆盖整ITO/PEDOT:PSS基底为准,以保证旋涂后薄膜的均匀性和平整性,电子传输材料为富勒烯衍生物[6,6]-苯基 C_{60} -丁酸甲酯(PC₆₀BM),电子传输层是将[6,6]-苯基 C_{60} -丁酸甲酯(PC₆₀BM)溶解在氯苯(Chlorobenzene)中,质量浓度为20mg/mL,然后采用溶液旋涂法旋涂制得,旋涂速率为2500 rpm,旋涂时间为30-40 s,薄膜厚度为40-50 nm,界面修饰层是由[4,7]-二苯基-[1,10]-菲啉(Bphen)构成,界面修饰层是将[4,7]-二苯基-[1,10]-菲啉(Bphen)溶解在无水乙醇(Ethyl alcohol)中,质量浓度为0.7 mg/mL,然后采用溶液旋涂法旋涂制得,旋涂速率为6000 rpm,旋涂时间为30-40 s,薄膜厚度为1-5 nm,阴极材料是由铝(Al)或银(Ag)构成,采用真空热蒸镀方法成膜,薄膜厚度100 nm,蒸镀速率为0.5 nm/s。

[0020] 本发明是一项通过新型反溶剂戊醇(具体为仲戊醇和叔戊醇)清洗工艺制备钙钛矿太阳能电池的技术方案,该技术是在分析现有反溶剂工艺不足的基础上,经过大量的实验获得的,是一种更为高效、环保、安全的反溶剂技术。现有的反溶剂工艺包括甲苯、氯苯、乙醚有机非极性反溶剂清洗工艺和异丙醇、仲丁醇极性醇类反溶剂清工艺,均可使钙钛矿湿膜快速成核、结晶析出,进而形成钙钛矿光敏层。从溶剂性质来讲,戊醇(具体为仲戊醇和叔戊醇)比现有的非极性或低极性反溶剂清洗能力强,形成的光敏层更加致密,其较甲苯氯苯毒性小,较乙醚更安全可控易储存;与现有醇类反溶剂相比,本发明所使用的反溶剂极性较弱,不会对光敏层表面造成破坏,且仲丁醇的多步溶剂处理法和异丙醇的两步法工艺繁琐,而本发明所使用的反溶剂工艺简单,成本低廉,更加适合产业化。从所制电池性能来讲,本技术方案所取得的效果优于现有技术,甲苯反溶剂和氯苯反溶剂工艺并不能完全去除光敏层中残余的极性溶剂DMF、DMSO,所制得光敏层中存在一些孔洞,致使效率较为低下;仲丁醇反溶剂和异丙醇反溶剂工艺由于其极性较强,对光敏层表面有一定的破坏作用,所形成的光敏层表面较为粗糙且晶粒较小,进而影响其效率。而本发明所使用的戊醇(具体为仲戊醇和叔戊醇)极性适中,强于甲苯、氯苯等,弱于异丙醇、仲丁醇,这种特性使其对DMF、DMSO保持有较强清洗能力同时不会破坏光敏层表面,且沸点适中,因此通过戊醇反溶剂清洗工艺制得的光敏层表面平整致密,晶粒尺寸大于光敏层厚度,形成晶粒纵向贯穿的光敏层薄膜,这样的薄膜缺陷少,因此电池性能优良,光电转换效率高。总之,本方案所制得甲胺铅碘钙钛矿太阳能电池优于现有反溶剂工艺制备的甲胺铅碘钙钛矿太阳能电池,为高效率的钙钛矿太阳能电池研发提供了一种有效可行的技术方案。

[0021] 实施例2

[0022] 本实施例是对实施例1的进一步优化。

[0023] 本发明的甲胺铅碘钙钛矿太阳能电池具有平面异质结倒置结构:ITO/PEDOT:PSS/

光敏层/PC₆₀BM/Bphen/Ag,ITO阳极的厚度为100 nm,方块电阻10 Ω/□,空穴传输层PEDOT:PSS的厚度为30 nm,采用溶液旋涂法成膜,然后在空气中热退火制得,旋涂速率为4000 rpm,旋涂时间为30 s,加热温度为150 °C,加热时间为15 min,光敏层是CH₃NH₃PbI₃钙钛矿薄膜,由甲基碘化胺(CH₃NH₃I)、碘化铅(PbI₂)1.05:1摩尔比溶解于N,N-二甲基甲酰胺(DMF)和二甲基亚砷(DMSO)混合溶剂中,形成CH₃NH₃PbI₃前驱液,然后通过旋涂、仲戊醇清洗工艺并结合退火处理制成的,CH₃NH₃PbI₃钙钛矿薄膜前驱液由甲基碘化胺(CH₃NH₃I)、碘化铅(PbI₂)1.05:1摩尔比溶解于N,N-二甲基甲酰胺(DMF)和二甲基亚砷(DMSO)混合溶剂中形成的一种金黄色的溶液,N,N-二甲基甲酰胺(DMF)和二甲基亚砷(DMSO)混合溶剂的体积比为9:1,甲基碘化胺(CH₃NH₃I)在N,N-二甲基甲酰胺(DMF)和二甲基亚砷(DMSO)混合溶液中的摩尔浓度2.1 mol/L,所述的碘化铅(PbI₂)在N,N-二甲基甲酰胺(DMF)和二甲基亚砷(DMSO)混合溶液中的摩尔浓度为2.0 mol/L,CH₃NH₃PbI₃钙钛矿薄膜的制备方法是:利用溶液旋涂法在ITO/PEDOT:PSS基底上旋涂 CH₃NH₃PbI₃钙钛矿薄膜前驱液,旋涂速率为6000rpm,旋涂时间为30 s,在此旋转期间滴加反溶剂仲戊醇清洗一次,待样品旋转结束后进行退火处理,仲戊醇清洗过程,是在旋涂CH₃NH₃PbI₃钙钛矿薄膜的过程中进行的,于开始旋涂CH₃NH₃PbI₃钙钛矿薄膜后9 s时将仲戊醇直接滴加CH₃NH₃PbI₃钙钛矿薄膜上清洗一次,仲戊醇用量300 μL,清洗过程所用时间为1.5 s,此过程中钙钛矿快速结晶并析出,初步形成平整致密的光敏层薄膜,清洗时间用多功能计时器来计时,退火处理是将旋涂清洗后的CH₃NH₃PbI₃钙钛矿薄膜放在65°C热台上短暂加热15 s,紧接着在DMSO气氛(含空气)中、温度100°C下退火20 min,电子传输层是富勒烯衍生物[6,6]-苯基C₆₀-丁酸甲酯(PC₆₀BM)构成,电子传输层是将[6,6]-苯基C₆₀-丁酸甲酯(PC₆₀BM)溶解在氯苯(Chlorobenzene)中,质量浓度为20mg/mL,采用溶液旋涂法制得,旋涂速率为2500 rpm,旋涂时间为30 s,薄膜厚度为35 nm,界面修饰层是由[4,7]-二苯基-[1,10]-菲啉(Bphen)构成,界面修饰层制作方法是[4,7]-二苯基-[1,10]-菲啉(Bphen)溶解在无水乙醇(Ethyl alcohol)中,质量浓度为0.7 mg/mL,然后采用溶液旋涂法旋涂制得,旋涂速率为6000 rpm,旋涂时间为30 s,薄膜厚度为2 nm,阴极是Ag膜,采用真空热蒸镀方法制备,薄膜厚度100 nm,蒸镀速率为0.5 nm/s。

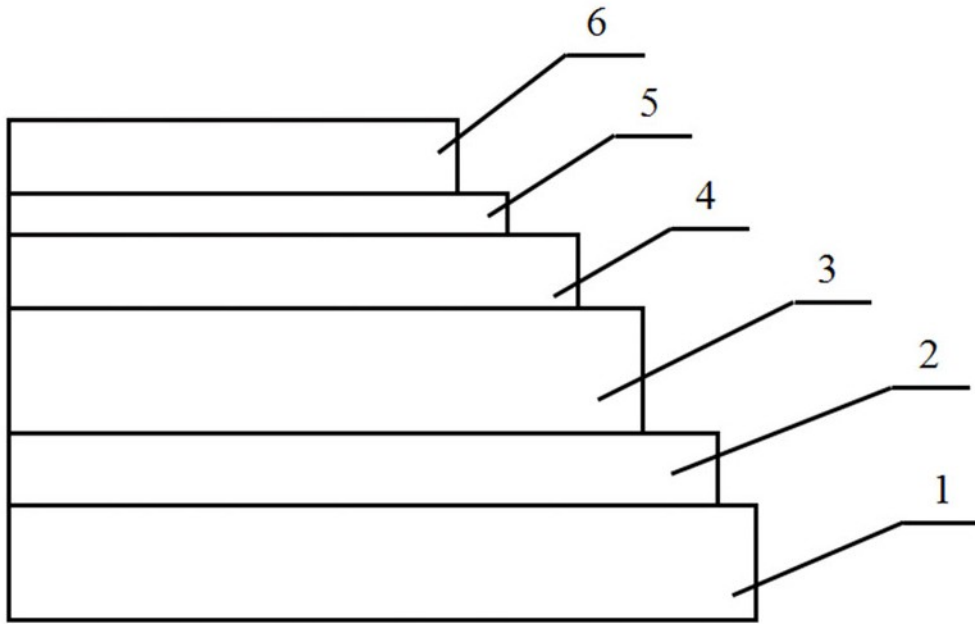


图1

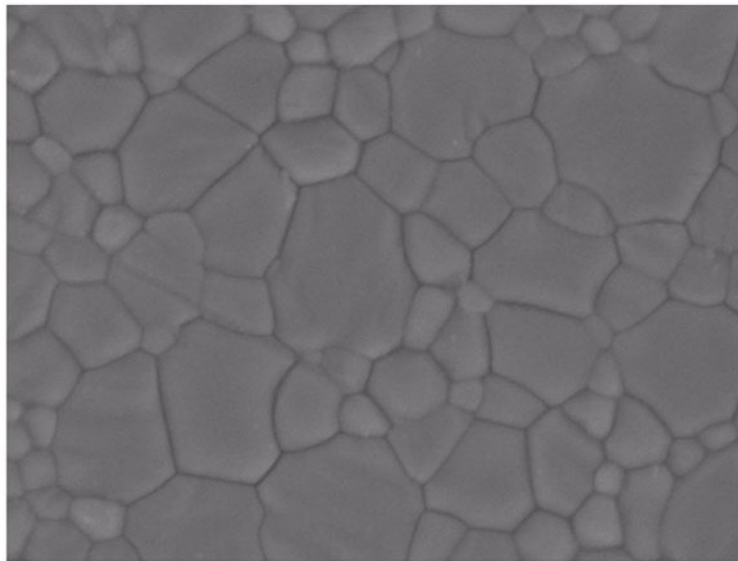


图2

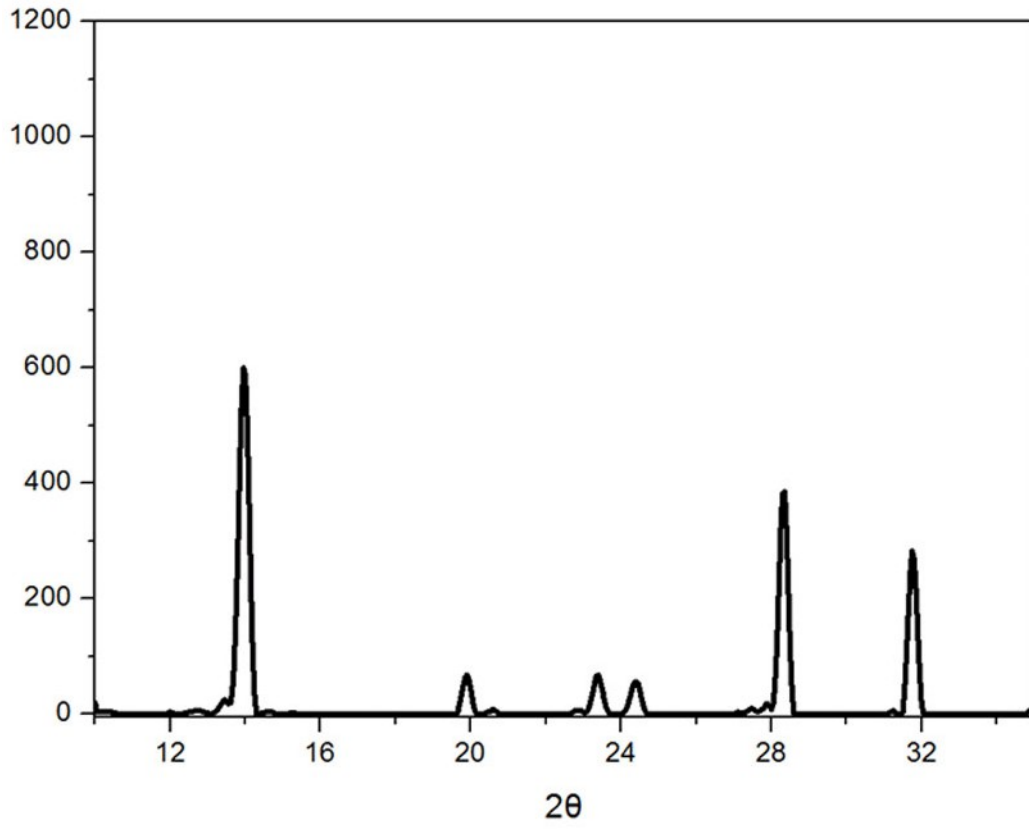


图3