



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년06월08일
(11) 등록번호 10-1628575
(24) 등록일자 2016년06월01일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01L 31/0224 (2006.01) H01L 31/04 (2014.01)
- (21) 출원번호 10-2014-0188291
(22) 출원일자 2014년12월24일
심사청구일자 2014년12월24일
- (56) 선행기술조사문헌
JP2001279486 A
JP2005302499 A
JP2010525161 A
W02012060208 A1
- (73) 특허권자
현대자동차주식회사
서울특별시 서초구 현릉로 12 (양재동)
충남대학교산학협력단
대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)
- (72) 발명자
정경진
서울특별시 강남구 삼성로 649, 상아아파트 3동 510호
이영준
대전광역시 유성구 어은로 57, 한빛아파트 126동 1007호
이중현
대전광역시 유성구 엑스포로 123번길 46-15, 스마트시티 202동 703호
- (74) 대리인
한라특허법인(유한)

전체 청구항 수 : 총 9 항

심사관 : 고재현

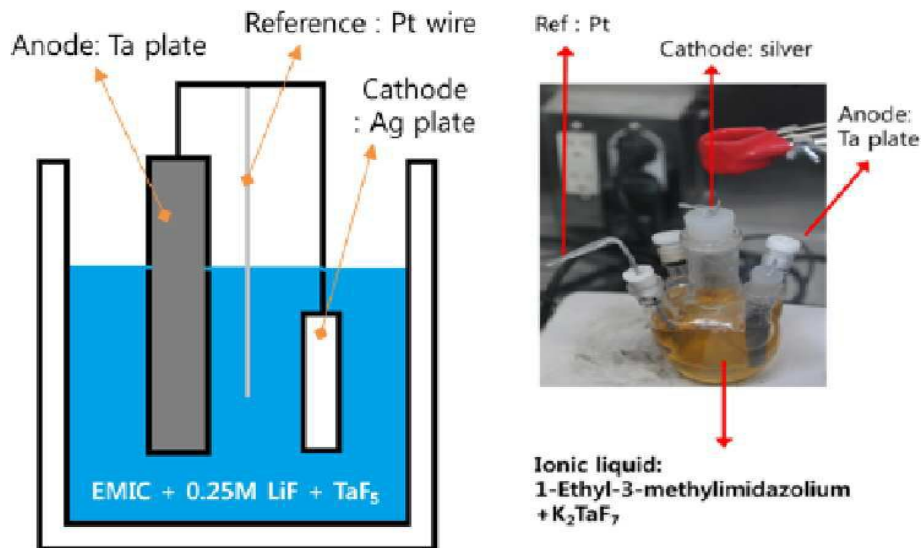
(54) 발명의 명칭 이온성 액체 전기 도금 기법을 이용한 염료감응형 태양전지용 고내식성 탄탈륨-은 복합 전극 제조방법

(57) 요약

본 발명은, (a) 불소화 리튬(LiF)을 첨가한, 저온의 용융온도를 가지는 이온성 액체 전해질을 제조하는 단계; (b) 상기 이온성 액체 전해질에서 수분을 제거하는 단계; (c) 내식성 금속을 양극에 배치하는 단계; (d) 모재를 음극에 배치하는 단계; (e) 상기 내식성 금속과 모재를 상기 수분이 제거된 이온성 액체 전해질 내에 장입하는 단계; 및

(뒷면에 계속)

대표도 - 도1



(f) 상기 모재에 전류밀도를 인가하여 모재에 상기 내식성 금속을 전착하는 단계를 포함하고, 상기 내식성 금속은 탄탈륨, 지르코늄, 니오비움, 및 텅스텐 중에서 선택되는 것이고, 상기 모재는 은 기관인 탄탈륨-은 복합 전극 제조방법에 관한 것이다.

본 발명에 따르면 전기도금 기법을 이용하여 균일하고 치밀한 높은 내식성 및 전도도를 갖는 탄탈륨 코팅 피막을 형성하여, 기존의 염료감응형 태양전지용 은 전극에 비해 높은 내식성 및 전도도를 갖는 탄탈륨-은 복합 전극을 제조할 수 있다. 또한, 본 발명에 따르면 기존의 탄소나노튜브를 기반으로 한 염료감응형 태양전지의 전해질 오염 및 접착력 약화 문제를 해결할 수 있다. 아울러, 본 발명에 따르면 기존의 은 그리드 전극의 부식 문제를 해결하는 유리 프린트를 이용한 방법보다, 얇고 유연한 높은 내식성 및 전도도를 갖는 탄탈륨 코팅 피막을 형성함으로써 콤팩트(compact)하고 플렉서블(flexible)한 복합 전극 구조재의 생산이 가능하다는 효과가 있다.

명세서

청구범위

청구항 1

- (a) 불소화 리튬(LiF)을 첨가한, 180 내지 250 °C의 용융온도를 가지는 이온성 액체 전해질을 제조하는 단계;
- (b) 상기 이온성 액체 전해질에서 수분을 제거하는 단계;
- (c) 내식성 금속을 양극에 배치하는 단계;
- (d) 모재를 음극에 배치하는 단계;

(e) 상기 내식성 금속과 모재를 상기 수분이 제거된 이온성 액체 전해질 내에 장입하는 단계; 및

(f) 상기 모재에 전류밀도를 인가하여 모재에 상기 내식성 금속을 전착하는 단계를 포함하고,

상기 내식성 금속은 탄탈륨, 지르코늄, 니오비움, 및 텅스텐 중에서 선택되는 것이고, 상기 모재는 은 전극을 포함하는 기관인 탄탈륨-은 복합 전극 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 이온성 액체 전해질은 1-ethyl-3-methylimidazolium (EMIC)을 포함하는 탄탈륨-은 복합 전극 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 불소화 리튬(LiF)은 0.25 내지 0.5 mol%로 첨가되는 탄탈륨-은 복합 전극 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 탄탈륨의 이온농도 유지를 위해 상기 수분이 제거된 이온성 액체 전해질 내에 TaF₅을 첨가하는 탄탈륨-은 복합 전극 제조방법.

청구항 5

제4항에 있어서, 상기 TaF₅는 1 내지 2 mol%로 첨가하는 탄탈륨-은 복합 전극 제조방법.

청구항 6

삭제

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 (f) 단계는 180 내지 250 °C에서 수행되는 탄탈륨-은 복합 전극 제조방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 (f) 단계는 산소와 수분이 제어되는 아르곤 분위기에서 수행되는 탄탈륨-은 복합 전극 제조방법.

청구항 9

제1항 내지 제5항, 제7항, 및 제8항 중 어느 한 항에 따른 방법에 의해 제조되는 탄탈륨-은 복합 전극.

청구항 10

제9항에 있어서, 염료감응형 태양전지용 탄탈륨-은 복합 전극.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 이온성 액체 전기 도금 기법을 이용한 고 내식성 탄탈륨-은 복합 전극 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 염료감응형 태양전지(DSSC)는 반투명성의 특징과 태양광 조도량에 상대적으로 덜 민감한 특성 때문에 차량 내/외관에 장착 시 보조전원 시스템으로서 우수한 발전 특성을 나타낼 수 있지만, 태양전지 제조 시 사용되는 액체 전해질 내의 요오드성분에 의한 전극 부식 등의 문제로 내구성이 떨어지는 단점은 인해 상용화에 걸림돌이 되고 있었다.

[0003] 탄소나노튜브(CNT)를 기반으로 한 염료감응형 태양전지 전극은 미국공개특허 2013-0240027, 한국등록특허 1195761, 및 한국등록특허 1224845에 기재되어 있으며, 한국의 (주)상보와 중국의 Fudan Univ.등에서 연구가 진행 중에 있다. 하지만, 전극의 부식으로 인한 안전성 문제를 해결하였지만, 탄소나노튜브의 이용은 기계적 특성(강도) 및 약한 접착력으로 인해 전해질 오염문제를 야기 시키는 문제점이 있었다.

[0004] 한편, 유리 프릿(Glass frit) 코팅 기법을 이용한 염료감응형태양전지 전극은 한국등록특허 1130614 및 미국등록특허 08525155에 기재되어 있으며, KAERI 및 (주)엠브로에서 연구가 진행 중에 있다. 그러나, 유리 프릿 코팅 기법은 에너지변환 효율 감소, 40 μm 이상의 두께, 및 유연성 부족으로 인해 flexible 산업에 적용이 어렵다는 문제점이 있었다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0005] (특허문헌 0001) 1. 미국공개특허 제2013-0240027호
(특허문헌 0002) 2. 한국등록특허 제1195761호
(특허문헌 0003) 3. 한국등록특허 제1224845호
(특허문헌 0004) 4. 한국등록특허 제1130614호
(특허문헌 0005) 5. 미국등록특허 제08525155호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명은 고온에 취약한 염료감응형 태양전지의 전극 구조체인 유리 기판에 영향이 없는 저온의 용융온도를 가지는 이온성 액체 전해질을 이용하여 높은 내식성 및 전도도 특성을 갖는 탄탈륨 코팅 층을 균일하게 형성할 수 있는 방법을 통해 은 그리드의 부식문제를 해결 하는 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0007] 본 발명의 일 측면에 따른 탄탈륨-은 복합 전극 제조방법은, (a) 불소화 리튬(LiF)을 첨가한, 저온의 용융온도를 가지는 이온성 액체 전해질을 제조하는 단계; (b) 상기 이온성 액체 전해질에서 수분을 제거하는 단계; (c) 내식성 금속을 양극에 배치하는 단계; (d) 모재를 음극에 배치하는 단계; (e) 상기 내식성 금속과 모재를 상기 수분이 제거된 이온성 액체 전해질 내에 장입하는 단계; 및 (f) 상기 모재에 전류밀도를 인가하여 모재에 상기 내식성 금속을 전착하는 단계를 포함하고, 상기 내식성 금속은 탄탈륨, 지르코늄, 니오비움, 및 텅스텐 중에서 선택되는 것이고, 상기 모재는 은 기판이다.

[0008] 그리고, 상기 저온의 용융온도를 가지는 이온성 액체 전해질은 1-ethyl-3-methylimidazolium(EMIC)을 포함할 수 있다.

[0009] 또한, 상기 불소화 리튬(LiF)은 0.25 내지 0.5 mol% 로 첨가될 수 있다.

[0010] 한편, 상기 탄탈륨의 이온농도 유지를 위해 상기 수분이 제거된 이온성 액체 전해질 내에 TaF₅ 를 첨가할 수 있

다.

[0011] 그리고, 상기 TaF_5 는 1 내지 2 mol% 로 첨가할 수 있다.

[0012] 또한, 상기 저온의 용융온도는 180 내지 250 °C 일 수 있다.

[0013] 상기에서 (f) 단계는 180 내지 250 °C에서 수행될 수 있으며, 산소와 수분이 제어되는 아르곤 분위기에서 수행될 수 있다.

[0014] 본 발명의 다른 측면에 따른 탄탈륨-은 복합 전극은, 상기 방법에 의해 제조될 수 있다.

발명의 효과

[0015] 본 발명에 따르면 전기도금 기법을 이용하여 균일하고 치밀한 높은 내식성 및 전도도를 갖는 탄탈륨 코팅 피막을 형성하여, 기존의 염료감응형 태양전지용 은 전극에 비해 높은 내식성 및 전도도를 갖는 탄탈륨-은 복합 전극을 제조할 수 있다.

[0016] 또한, 본 발명에 따르면 기존의 탄소나노튜브를 기반으로 한 염료감응형 태양전지의 전해질 오염 및 접착력 약화 문제를 해결할 수 있다.

[0017] 아울러, 본 발명에 따르면 기존의 은 그리드 전극의 부식 문제를 해결하는 유리 프린트를 이용한 방법보다, 얇고 유연한 높은 내식성 및 전도도를 갖는 탄탈륨 코팅 피막을 형성함으로써 콤팩트(compact)하고 플렉서블(flexible)한 복합 전극 구조체의 생산이 가능하다는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0018] 도 1은 작업 전극과 상대전극의 구성을 나타낸 도면이다.

도 2는 이온성 액체 전해질(1-Ethyl-3-methylimidazolium: EMIC)제조 시 전해질 내부의 수분 제거 공정을 나타낸 도면이다.

도 3은 수분 제거 공정 전 후의 전기화학적 분석 결과를 나타내는 그래프이다.

도 4는 고진공 수분제거 공정 및 불소화리튬(LiF) 첨가 후 전기화학적 분석결과를 나타낸 그래프 이다.

도 5는 Ta의 전기화학적 환원 거동 확인을 위해 EMIC-LiF-TaF₅에 대한 순환전압전류법 (Cyclic Voltammetry, CV)을 이용한 분석 결과를 나타낸 그래프이다.

도 6은 저온 이온성 액체 전기도금 실시 후 코팅 피막을 SEM으로 분석한 사진과 형상을 나타내는 사진이다.

도 7은 본 발명의 일 실시예, 저온 이온성 액체 전기도금 시 작업전극과 상대전극에 인가되는 전위를 나타낸 그래프이다.

도 8은 전류밀도에 대한 내식성을 시험하기 위해 부식전위 평가 셀(a)과, 부식전위 측정 결과를 나타낸 그래프(b)이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0019] 본 발명은 다양한 변환을 가할 수 있고 여러 가지 실시예를 가질 수 있는 바, 특정 실시예들을 도면에 예시하고 상세한 설명에 상세하게 설명하고자 한다. 그러나, 이는 본 발명을 특정한 실시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 변환, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다. 본 발명을 설명함에 있어서 관련된 공지 기술에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 흐릴 수 있다고 판단되는 경우 그 상세한 설명을 생략한다.

[0020] 본 발명은, (a) 불소화 리튬(LiF)을 첨가한, 저온의 용융온도를 가지는 이온성 액체 전해질을 제조하는 단계; (b) 상기 이온성 액체 전해질에서 수분을 제거하는 단계; (c) 내식성 금속을 양극에 배치하는 단계; (d) 모재를 음극에 배치하는 단계; (e) 상기 내식성 금속과 모재를 상기 수분이 제거된 이온성 액체 전해질 내에 장입하는 단계; 및 (f) 상기 모재에 전류밀도를 인가하여 모재에 상기 내식성 금속을 전착하는 단계를 포함하고, 상기 내식성 금속은 탄탈륨, 지르코늄, 니오비움, 및 텅스텐 중에서 선택되는 것이고, 상기 모재는 은 기관인 탄탈륨-

은 복합 전극 제조방법을 제공한다.

- [0021] 또한, 본 발명의 다른 측면에 따르면 상기 방법에 의해 제조되는 탄탈륨-은 복합 전극이 제공된다.
- [0022] 이하 발명의 구체적인 구현예에 따른 탄탈륨-은 복합 전극 제조방법에 관하여 보다 상세하게 설명하기로 한다.
- [0023] 본 발명의 일 측면에 따른 탄탈륨-은 복합 전극 제조방법은, (a) 불소화 리튬(LiF)을 첨가한, 저온의 용융온도를 가지는 이온성 액체 전해질을 제조하는 단계; (b) 상기 이온성 액체 전해질에서 수분을 제거하는 단계; (c) 내식성 금속을 양극에 배치하는 단계; (d) 모재를 음극에 배치하는 단계; (e) 상기 내식성 금속과 모재를 상기 수분이 제거된 이온성 액체 전해질 내에 장입하는 단계; 및 (f) 상기 모재에 전류밀도를 인가하여 모재에 상기 내식성 금속을 전착하는 단계를 포함하고, 상기 내식성 금속은 탄탈륨, 지르코늄, 니오비움, 및 텅스텐 중에서 선택되는 것이고, 상기 모재는 은 기관이다.
- [0024] 본 발명은 저온 이온성 액체 전기도금 기법(Lower ionic liquid electro-plating)을 이용하여 탄탈륨 코팅 피막을 형성한다.
- [0025] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 저온 이온성 액체 전기도금 기법을 설명하기 위한 도면이다. 도 1에 도시된 바와 같이, 양극에 전착 소재인 탄탈륨을 배치하고, 음극에 은 기관 모재를 배치한 후 도금을 수행한다. 즉, 탄탈륨을 양극(희생양극)에 배치하고, 상기한 탄탈륨 코팅 피막이 형성되는 모재를 작업전극(음극)에 배치한다.
- [0026] 상기 음극과 상기 모재를 탄탈륨 와이어로 연결하며, 탄탈륨 와이어를 모재에 은 접착용재를 이용하여 소결함으로써 연결할 수 있다. 이처럼 탄탈륨 와이어를 은 접착용재와의 소결을 통해 모재를 배치하는 경우, 모재에 탄탈륨 코팅 피막을 전착 시 코팅 피막이 누락되는 부위가 없어진다.
- [0027] 상기와 같이 배치된 탄탈륨과 모재(base metal)를 이온성 액체 전해질 내에 장입한 후 전류를 인가하여 도금을 수행한다.
- [0028] 상기 저온의 용융온도를 가지는 이온성 액체 전해질은 1-ethyl-3-methylimidazolium(EMIC)을 포함할 수 있으며, 탄탈륨의 환원이 이루어지는 전위와 전해질 분해(수분 분해)전위의 중복을 방지하기 위해 불소화 리튬(LiF)을 첨가할 수 있다(이온성 액체 전해질의 Chemical window를 확장).
- [0029] 상기 불소화 리튬(LiF)은 0.25 내지 0.5mol% 로 첨가 될 수 있다.
- [0030] 상기 이온성 액체 전해질의 저온의 용융온도는 180 내지 250℃ 일 수 있다.
- [0031] 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 저온 이온성 액체 전해질을 제조 시 전해질 내부의 수분제거를 위한 공정의 모식도 및 장치의 사진이다.
- [0032] 상기에서 EMIC와 LiF를 소정의 화학조성이 되도록 배합 후 전해질 내에 존재하는 수분의 제거를 위해 도 2와 같이, EMIC 전해질이 배합된 두 개의 전해조를 염다리를 이용하여 이온의 이동이 가능하도록 제작 후, 환원전극(음극-Cu)에 일정량의 전압을 인가하여 일정 시간 동안 유지한다.
- [0033] 그 후, 상기 수분이 일정량 제거된 전해질 내부에 존재하는 미량의 잔존 수분을 제거하기 위해 고진공 수분 제거 챔버를 이용하여 일정 온도로 진공 열처리를 실시하여 잔존 수분을 제거할 수 있다.
- [0034] 상기에서 탄탈륨의 이온농도 유지를 위해 상기 용융염 내에 TaF₅를 첨가할 수 있다. 상기 TaF₅는 1 내지 2 mol% 로 첨가하는 것이 바람직 할 수 있다.
- [0035] 한편, 상기 용융염의 저온의 용융온도는 180 내지 250 ℃ 일 수 있다.
- [0036] 아울러, 상기 (f) 단계는 180 내지 250℃에서 수행될 수 있다.
- [0037] 그리고, 상기 (f) 단계는 산소와 수분이 제어되는 아르곤 분위기에서 수행될 수 있다.
- [0038] 본 발명에 따르면, 상기에 따른 방법에 의해 제조되는 탄탈륨-은 복합 전극이 제공된다. 상기 탄탈륨-은 복합 전극은 염료감응형 태양전지용일 수 있다.

[0039] 이하, 본 발명의 바람직한 실시예를 첨부도면을 참조하여 상세히 설명하기로 한다. 다만, 이들 실시예는 오로지 본 발명을 예시하기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 제한되는 것으로 해석되지는 않는다 할 것이다

[0040] **제조예 (저온 이온성 액체 전기도금 기법을 위한 전해질의 제조)**

[0041] 코팅층에 수분의 영향을 최소화하기 위하여 EMIC와 LiF를 EMIC-0.25M LiF 조성이 되도록 배합 후, 전해질 내에 존재하는 수분의 제거를 위해 도 2와 같이 250 ml의 EMIC 전해질이 배합된 두 개의 전해조를 염다리를 이용하여 이온의 이동이 가능하도록 제작 후, 0.2t×2 W×6H 의 환원전극(음극-Cu)에 일정량의 전압(-1.3 V)을 인가하여 4시간을 유지하였다.

[0042] 상기 수분이 일정량 제거된 전해질 내부에 존재하는 미량의 잔존 수분을 제거하기 위해 고진공 수분 제거 챔버를 이용하여 180 °C 온도로 48시간 진공 열처리를 실시하였다.

[0043] 그 후, 도 4와 같이 상기 수분이 제거된 전해질을 도 1과 같이 제작된 전기도금 장치에서 전해질 내의 Ta 이온 농도의 유지를 위해 1 mol% TaF₅를 첨가하여 전해질을 제작하였다.

[0044] **실시예**

[0045] 코팅 모재로는 도 1과 같이 시판되는 은 시편을 실험에 맞게 가공(0.1t×1 W×2H)하였고 탄탈륨과 은 기판의 접착성과 코팅 두께의 균일성 향상을 위해 샌드페이퍼 #800으로 연마하였다. 또한, 전해질의 Ta 농도를 유지 하기 위해 상대전극으로 탄탈륨 판을 희생양극으로 사용하였고 기준 전극은 백금(Pt)을 사용 하였다. 아울러, 전해질과의 반응으로 인한 도가니의 변질과 열 충격으로 인한 파손을 막기 위해 니켈 도가니를 사용하였다.

[0046] 본 발명에 따른 전기 도금 공정 전극 구성은 도 1과 같으며, 모재의 산화피막의 발생을 억제하고, 전해질 내부로의 수분 유입을 막기 위해 아르곤(Ar) 분위기에서 전착을 실시하였으며, 전착 온도는 EMIC-LiF 전해질과 TaF₅의 상태를 액상으로 유지시키고 실제 DSSC-Ag 유리 기판에 탄탈륨의 전기도금 시 기판의 휨 방지를 위해 150 °C에서 실시하였다.

[0047] **시험예 1 (저온 이온성 액체 전해질의 전기화학적 특성 분석)**

[0048] 상기 실시예에서의 수분 제거 공정, 및 고진공 수분 제거 챔버를 통해 수분 제거 시 이온성 액체 전해질 내부의 수분 잔존량을 분석하기 위해 도 3 및 도 4와 같이 전기화학적 분석을 실시하였다.

[0049] 도 2와 같이 C-염다리-Cu 공정의 산화 환원 반응을 이용하여 전해질 내부의 수분이 제거된 전해질(Cu 전극부)과 수분 제거를 하지 않은 초기 전해질, 그리고 산화반응으로 인한 불순물(O₂, C)이 다량으로 함유된 전해질(C 전극부)을 순환전압전류법 (Cyclic Voltammetry, CV)을 통해 비교한 결과, 수분이 제거된 Cu 전극부 전해질의 경우 Chemical window가 다른 두 전해질과 비교하여 넓게 확장 된 것을 통해 전해질 내부의 수분이 제거된 것을 확인 할 수 있었다.

[0050] 고 진공 수분 제거 챔버를 통해 전해질 내부에 존재하는 미량의 수분을 제거할 수 있으며, 이는 도 4의 순환전압전류법 (Cyclic Voltammetry, CV)을 통해 확인할 수 있다.

[0051] 전해질 내부의 수분의 영향은 전기도금 시 코팅 층의 균일성 저하에 큰 영향을 주기 때문에 이온성 액체 전기도금 시 앞서 제시한 수분 제거 공정을 실시하는 것이 바람직하다.

[0052] Ta의 전기화학적 환원 거동의 확인을 위해 1 mol%가 첨가된 EMIC-LiF-TaF₅ 전해질에 대한 순환전압전류법 (Cyclic Voltammetry, CV)을 실시하였다. 작업전극은 W wire(99.95 %, 0.5 mm(0.2 inch))를 사용하였고 상대전극은 W plate를 사용하였다. 실험 결과, 도 5와 같이 1mol%의 TaF₅가 첨가된 전해질에서는 -1.79V a)에서 전해질의 분해가 일어나며 -1.21V b) 이상에서 Ta 이온이 환원되는 것을 확인하였다.

[0053] 본 발명에서의 일 실시예에 따른 -1.07V c)의 전위에서는 Ta(V)에서 Ta(III)으로의 환원 반응을 따르며 -1.21 V의 전위에서는 Ta(III)에서 Ta 금속으로의 환원반응을 따른다는 것은 M. Mehmood et al, (Electro-Deposition of

Tantalum on Tungsten and Nickel in LiF-NaF-CaF₂ Melt Containing K₂TaF₇-Electrochemical Study, Materials Transactions, 44(2), 259-267, 2003)에 기재된 바 있다.

[0054] 본 발명에서, 저온 이온성 액체 전기 도금 공정 시 EMIC-0.25M LiF-1mol% TaF₅ 농도의 전해질을 사용할 경우 -1.75 V 이상 -1.21 V 이하의 전압 범위에서 코팅을 실시하는 것이 바람직하다.

[0055] **시험예 2 (저온 이온성 액체 전기도금법을 이용한 탄탈륨 코팅 피막의 특성 분석)**

[0056] 저온 이온성 액체 전기도금법을 이용하여 코팅된 탄탈륨 피막의 특성 분석을 실시하였다. 도 6은 전류밀도를 1, 7 그리고 15.2 mA/cm²로 인가 시 코팅 피막의 형상 및 SEM 그리고 EDS를 분석한 사진이다.

[0057] 인가 전류 밀도가 1 mA/cm² 의 경우, 도 7과 같이 은 전극(작업전극)에 탄탈륨 환원전위에 미치지 못하는 -0.9V 의 전압이 형성되어 탄탈륨이 금속으로 환원되지 못했음을 알 수 있었으며, 인가 전류 밀도가 7mA/cm² 일 경우 표면에 Ta 금속이 고르게 코팅 된 것을 확인할 수 있었다. 이는 도 7에서 보는 바와 같이 탄탈륨이 금속으로 환원되는 -1.21V 이하의 전압(-1.47 V)이 충분히 형성되어 되었기 때문이며, 반면 인가 전류 밀도가 15.2 mA/cm² 의 경우 탄탈륨 코팅 표면이 고르지 못하고 부분적으로 은 표면이 드러난 부분이 관찰된다. 이는 도 7과 같이 탄탈륨이 금속으로 환원되기 위한 환원전위(-1.77 V)가 은 전극에 충분히 형성되었지만, Ta 이온의 농도분극으로 인한 영향으로 전류밀도가 높아 공정시간이 짧지만 이온 공급이 원활하지 못해 불균일하고 다공질의 코팅 층이 형성된 것으로 판단할 수 있다.

[0058] 본 발명에서는 이온성 액체 전해질을 사용할 경우 -1.21 V 이하 -1.47 V 이상의 전압 범위에서 코팅을 실시하기 위해 인가 전류 밀도를 7 mA/cm²으로 유지하는 것이 바람직하다.

[0059] **시험예 3 (Ta-Ag 코팅 피막의 부식 전위 측정)**

[0060] 각 전류밀도에 대한 내식성을 시험하기 위해 부식전위 평가 셀을 도 8 a)와 설계하여 부식전위를 측정하였다. 부식전위는 1 mol% TaF₅-7mA/cm² 조건에서 전착된 Ta/Ag, 순수 Ta, 그리고 순수 Ag 시편에 대하여 평가를 실시하였다.

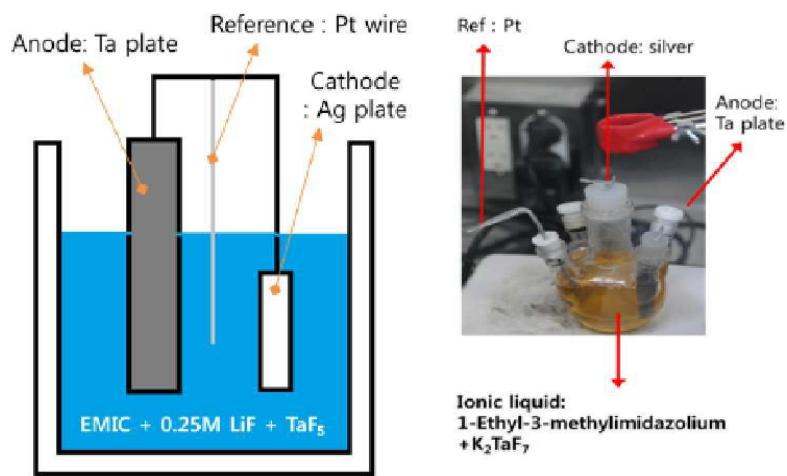
[0061] 부식전위 측정 결과, 도 8 b)와 같이 순수 Ag 시편의 경우 부식 전위(E_{corr})가 0.68V로 순수한 Ta보다 매우 낮은 내식성을 보여 염료감응형 태양전지 전극에 적용하기에 부적합 한 것을 알 수 있었다. 반면, 본 발명에서 제조된 Ta/Ag 코팅 시편의 경우 부식 전위(E_{corr})가 1.61V로 순수한 Ta(1.77V)에 근접한 부식전위를 보였다.

[0062] 따라서, 이온성 액체 전해질 기반의 전기도금 공정에 의해 제조된 탄탈륨-은 복합 전극은 염료감응형태양전지 전극에 사용되는 전해질(I-/I₃-)로 인한 은 그리드의 부식문제 해결을 통해 차세대 파노라마 루프의 양산화를 가능하게 할 수 있다.

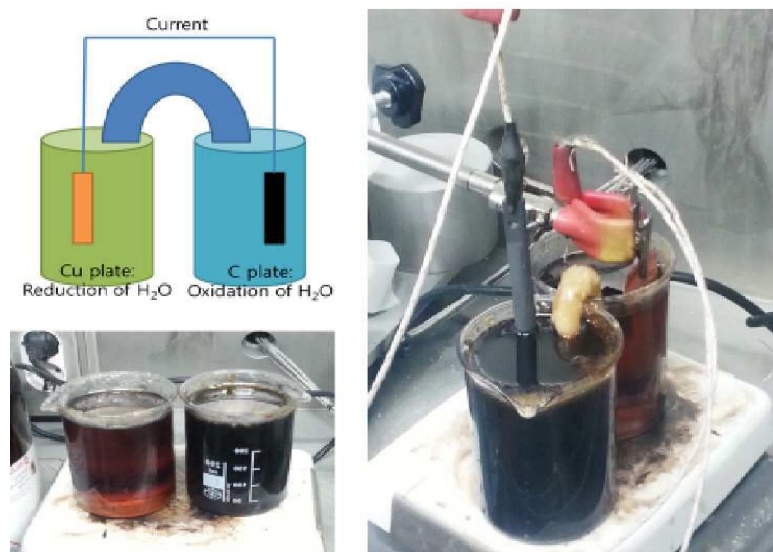
[0063] 이상으로 본 발명 내용의 특정한 부분을 상세히 기술하였는바, 당업계의 통상의 지식을 가진 자에게 있어서, 이러한 구체적 기술은 단지 바람직한 실시 양태일 뿐이며, 이에 의해 본 발명의 범위가 제한되는 것이 아닌 점은 명백할 것이다. 따라서 본 발명의 실질적인 범위는 첨부된 청구항들과 그것들의 등가물에 의하여 정의된다고 할 것이다.

도면

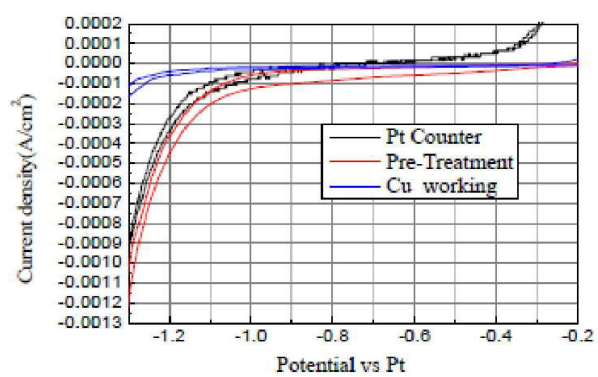
도면1



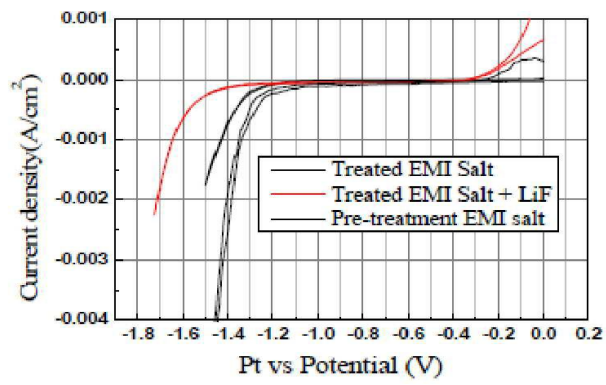
도면2



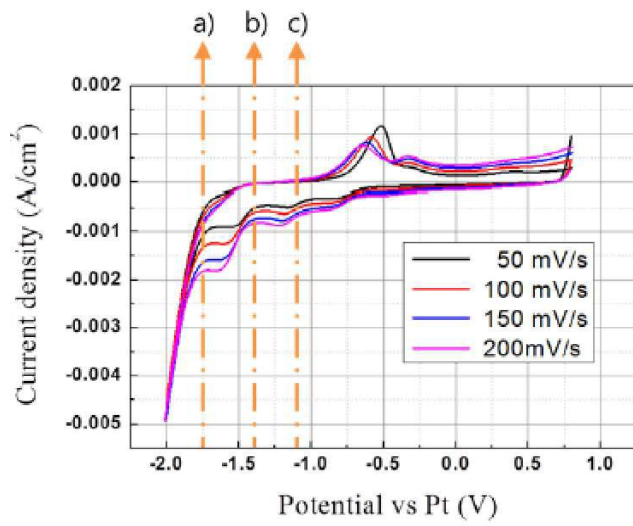
도면3



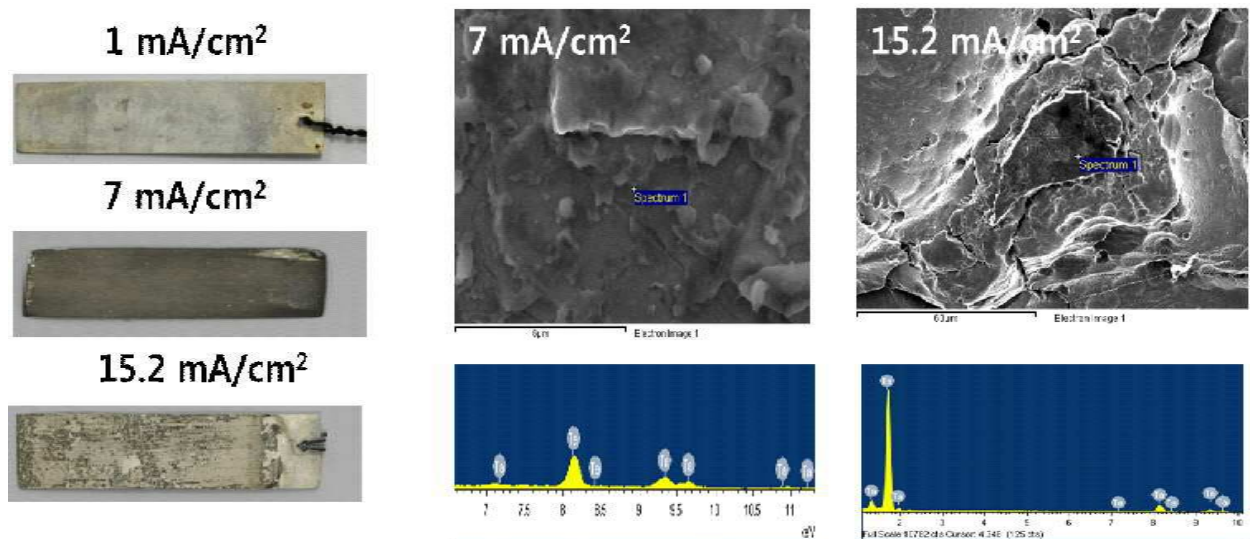
도면4



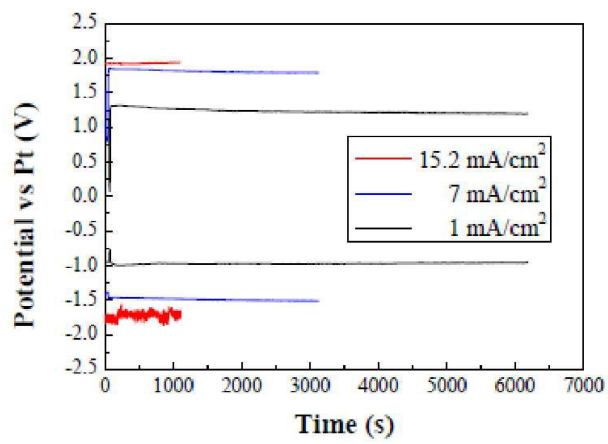
도면5



도면6



도면7



도면8

