



(12) 实用新型专利

(10) 授权公告号 CN 205035462 U

(45) 授权公告日 2016. 02. 17

(21) 申请号 201520721634. 6

(22) 申请日 2015. 09. 17

(73) 专利权人 西交利物浦大学

地址 215123 江苏省苏州市工业园区仁爱路
111 号

(72) 发明人 吴京锦 刘晨光 赵策洲 汤楚帆
柳鋆

(74) 专利代理机构 苏州创元专利商标事务所有
限公司 32103

代理人 范晴 姜玲玲

(51) Int. Cl.

G23C 18/00(2006. 01)

(ESM) 同样的发明创造已同日申请发明专利

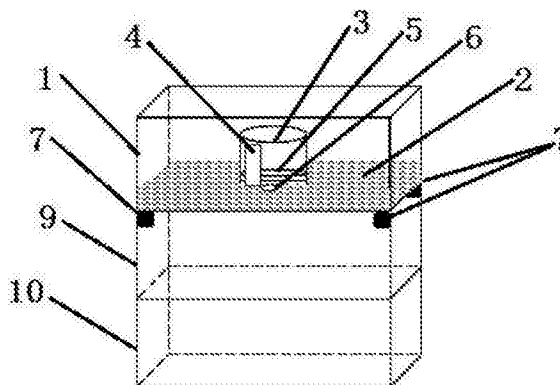
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 实用新型名称

一种制备致密硫化镉薄膜的装置

(57) 摘要

本实用新型公开了一种制备致密硫化镉薄膜的装置,包括自上而下依次设置的:水箱,所述水箱内部装有水和反应容器,所述反应容器内装有至少一块衬底、反应溶液和磁子,同时在所述水箱底部设置至少一个超声波振子或在所述水箱内部设有超声波振板;磁力搅拌器,设于所述水箱底部,并控制所述反应溶液温度和所述磁子转速;以及超声波发生器,位于磁力搅拌器下方。本实用新型的优点在于,不仅操作简单,成品质量高,成本低,稳定性高,而且既能够实现化学水浴法中反应溶液的均匀充分搅拌,又能够减少大颗粒和团簇的附着,有助生长均匀致密的大尺寸硫化镉薄膜。



1. 一种制备致密硫化镉薄膜的装置,其特征在于,包括自上而下依次设置的:
水箱,所述水箱内部装有水和反应容器,所述反应容器内装有至少一块衬底、反应溶液和磁子,同时在所述水箱底部设置至少一个超声波振子或在所述水箱内部设有超声波振板;
磁力搅拌器,设于所述水箱底部,并控制所述反应溶液温度和所述磁子转速;
以及超声波发生器,位于磁力搅拌器下方。
2. 根据权利要求 1 所述的制备致密硫化镉薄膜的装置,其特征在于,在所述反应容器上设有漏斗和 pH 温度计。
3. 根据权利要求 1 所述的制备致密硫化镉薄膜的装置,其特征在于,所述衬底水平或垂直放置于所述反应容器内。
4. 根据权利要求 1 所述的制备致密硫化镉薄膜的装置,其特征在于,所述装置的长度为 10-20cm,宽度为 10-20cm,高度为 30-50cm。

一种制备致密硫化镉薄膜的装置

技术领域

[0001] 本实用新型属于薄膜制备技术领域,具体涉及一种制备致密硫化镉薄膜的装置。

背景技术

[0002] 硫化物薄膜因在太阳能电池、太阳能光热转化(如太阳能吸收层)、建筑物玻璃窗的辐射选择过滤层、有机高分子材料的电导薄膜等方面的潜在应用受到了广泛的关注。另外,CdS是一种重要的太阳能电池材料,作为CdTe或CIGS表面太阳能电池的缓冲层,可以改善CdTe/CdS/TCO或CIGS/CdS/TCO之间的界面状态,保护吸收层CdTe或CIGS薄膜,对电池效率的提高起决定性作用。由于CdS是直接、中间带隙的光电材料,间隙能带为2.4eV左右,其吸收系数较高为 10^4 - 10^5 cm,所以主要作为薄膜太阳能电池的窗口材料。目前,制备CdS纳米膜的方法主要有物理方法和化学方法。物理方法包括分子束外延法、溅射法、真空蒸发法、金属有机物化学气相沉积法等,这些方法存在的主要问题是设备昂贵,需要高纯的原材料,一般需要高温或高真空的实验条件。而化学方法中的化学水浴沉积法高效、低成本、适合大面积成产而被广泛应用。化学水浴法中产生的硫化镉为络合物附着在衬底上,因此制备均匀致密的硫化镉十分重要。

[0003] 超声波具有频率高,功率大,能量大,定向性好的特点,超声波的机械作用可促成固体的分散。超声波振子由超声波换能器和超声波变幅杆组成,其中超声波换能器能将超声波发声器发出的高频电能转化为振动的机械能装置,超声波变幅杆是无源器件,其本身不产生振动,但是将超声波换能器输入的振动改变振幅后再传递出去,完成阻抗变换。超声波在液体中传播时,使得液体,振子,清洗槽在一定频率下一起振动,由于超声波在清洗液中疏密相间向前辐射,使得液体流动产生微小气泡,存在于液体中的微小气泡在声场作用下振动,这些气泡在超声波纵向传播的负压区形成,生长,而在正压区,当声压达到一定值时,气泡迅速增大,然后突然闭合。并在气泡闭合时产生冲击波,在其周围产生上千的大气压,破坏不溶性污物而使它们分散于溶液中,当团体粒子被油污裹着而黏附在样品表面时,油污被乳化,固体粒子脱离,从而达到净化的目的。

[0004] 磁力搅拌器利用了磁场的同性相吸,异性相斥的原理,使用磁场推动放置在容器中的磁子进行圆周运转,从而达到封闭式搅拌液体的目的,配合加热温度控制系统,可以根据具体的实验要求加热并控制样本反应温度,反应速率,保证液体混合达到实验需求。相较于传统搅拌器,反应物混合更为均匀,温度更为均匀,反应速度大大提高,而且可以在封闭条件下搅拌,防止毒气,有污染气体或异味泻出,更为安全可靠。

[0005] 在现有的化学水浴法制备硫化镉薄膜的方法中,磁力搅拌器便于反应物在密封状态下混合均匀搅拌,但是磁力的搅动幅度较大,频率过低,无法将样品上的大颗粒和污物除去,造成样品结果较差。

发明内容

[0006] 本实用新型目的是:提供一种制备致密硫化镉薄膜的装置,不仅操作简单,成品质

量高,成本低,稳定性高,而且既能够实现对化学水浴法中反应溶液的均匀充分搅拌,又能够减少大颗粒和团簇的附着,有助生长均匀致密的大尺寸硫化镉薄膜。

[0007] 本实用新型的技术方案是:一种制备致密硫化镉薄膜的装置,包括自上而下依次设置的:

[0008] 水箱,所述水箱内部装有水和反应容器,所述反应容器内装有至少一块衬底、反应溶液和磁子,同时在所述水箱底部设置至少一个超声波振子或在所述水箱内部设有超声波振板;

[0009] 磁力搅拌器,设于所述水箱底部,并控制所述反应溶液温度和所述磁子转速;

[0010] 以及超声波发生器,位于磁力搅拌器下方。

[0011] 作为优选的技术方案,在所述反应容器上设有漏斗和 pH 温度计。

[0012] 作为优选的技术方案,所述衬底水平或垂直放置于所述反应容器内。

[0013] 作为优选的技术方案,所述装置的长度为 10-20cm,宽度为 10-20cm,高度为 30-50cm。

[0014] 一种制备致密硫化镉薄膜的方法,包括以下步骤:

[0015] 步骤 1):将至少一块衬底水平或垂直放置于反应容器中;

[0016] 步骤 2):向反应容器内注入含有镉盐、氨水和去离子水的反应溶液后,将反应容器密封,同时所述反应容器内放有磁子,所述反应容器上设有一个漏斗和一个 pH 温度计;

[0017] 步骤 3):将密封好的反应容器浸入水箱中,同时开启超声波发生器和磁力搅拌器,当反应溶液的温度达到反应温度时,加入同温度的硫源,获得总反应溶液,调整并记录 pH 值和温度,直至在衬底上生长致密均匀的硫化镉薄膜;

[0018] 步骤 4):硫化镉薄膜制备好后用超声波清洗,干燥后制得致密硫化镉薄膜。

[0019] 作为优选的技术方案,步骤 3)中所述硫源加入反应溶液前,置于加热台上加热至反应温度。

[0020] 作为优选的技术方案,所述镉盐选自氯化镉、硝酸镉、硫酸镉、醋酸镉中的一种或多种;

[0021] 所述硫源选自硫化钠、硫酸钠、硫脲中的一种或多种。

[0022] 作为优选的技术方案,总反应溶液的体积为 300-500mL,其中镉浓度为 1-100mM,硫浓度为 10-100mM,氨水的体积为 30-100mL。

[0023] 作为优选的技术方案,步骤 3)中的反应温度为 50-90℃,反应时间为 15-45mins。

[0024] 作为优选的技术方案,步骤 4)中所述硫化镉薄膜的厚度为 40-80nm,带隙为 2-3eV。

[0025] 本实用新型的优点是:

[0026] 1. 本实用新型不仅操作简便,成本低,稳定性高,而且利用磁力搅拌功能对反应溶液进行充分均匀搅拌,利用超声波振动清洗功能不断除掉附着不牢固的大颗粒和团簇,实现超声波清洗和磁力搅拌一体化,使得化学水浴法制得的硫化镉薄膜更为致密,减少反应物表面的大颗粒以及其他杂质,制备更加优良的纳米级硫化镉薄膜。

附图说明

[0027] 下面结合附图及实施例对本实用新型作进一步描述:

- [0028] 图 1 为本实用新型制备致密硫化镉薄膜的装置结构示意图；
- [0029] 图 2 为本实用新型制备致密硫化镉薄膜的装置结构示意图；
- [0030] 其中：1 水箱，2 水，3 反应容器，4 衬底，5 反应溶液，6 磁子，7 超声波振子，8 超声波振板，9 磁力搅拌器，10 超声波发生器。

具体实施方式

[0031] 下面将对本实用新型实施例中的技术方案进行清楚完整的描述，显然，所描述的实施例仅是本实用新型的其中一个实施例，而不是全部的实施例。基于本实用新型中的实施例，本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例，都属于本实用新型保护的范围。

[0032] 实施例 1：参照图 1 所示，一种制备致密硫化镉薄膜的装置，该装置的长度为 10-20cm，宽度为 10-20cm，高度为 30-50cm，其主要所用材料为铝、不锈钢耐酸钢。

[0033] 本实用新型制备致密硫化镉薄膜的装置包括自上而下依次设置的：

[0034] 水箱 1，该水箱 1 至少可放入一个 500mL 烧杯，且水箱 1 内部装有水 2 和反应容器 3，反应容器 3 内装有至少一块水平或垂直放置于反应容器 3 内的衬底 4、反应溶液 5 和磁子 6，同时在水箱 1 底部设置四个超声波振子 7，且该超声波振子 7 置于干燥干净环境中，同时超声波振子 7 可拆卸，可更换不同频率，也可更改超声波振子 7 数量，超声波振子 7 越多，对应的功率越大，参照图 2 所示，也可以采用在水箱 1 内部设有超声波振板 8 代替水箱 1 底部的超声波振子 7，该超声波振板 8 可直接放于水箱 1 内，无需固定；

[0035] 磁力搅拌器 9，设于水箱 1 底部，并控制反应溶液 5 温度和磁子 6 转速，保证反应溶液 5 混合均匀，反应速率、温度、成品达到预期标准；

[0036] 以及超声波发生器 10，位于磁力搅拌器 9 下方，用于清洗掉样品表面大颗粒和团簇，使得制备样品颗粒均匀且附着牢固，磁力搅拌器 9 和超声波发生器 10 可分开工作，也可同时工作，满足不同制备需求。

[0037] 本实用新型在反应容器 3 上设有漏斗和 pH 温度计，同时在漏斗上塞有棉花，减少反应溶液挥发，避免 pH 值的快速改变对成膜造成影响，且 pH 温度计包含测试反应溶液 pH 和温度的双重功能。

[0038] 一种制备致密硫化镉薄膜的方法，包括以下步骤：

[0039] 步骤 1)：反应溶液的配制：根据待镀膜的衬底面积和膜所需厚度配制反应溶液，将镉盐、氨水、去离子水按一定比例混合制成反应溶液，例如加入硫源后总反应溶液的体积为 300-500mL，其中镉浓度为 1-100mM，硫浓度为 10-100mM，氨水的体积为 30-100mL，同时镉盐选自氯化镉、硝酸镉、硫酸镉、醋酸镉中的一种或多种；硫源选自硫化钠、硫酸钠、硫脲中的一种或多种。

[0040] 步骤 2)：将至少一块衬底水平或垂直放置于反应容器中，水平放置的衬底可以直接平躺于反应容器底部，垂直衬底需夹子夹住，悬吊在反应溶液中；

[0041] 步骤 3)：向反应容器内注入含有镉盐、氨水和去离子水的反应溶液后，将反应容器密封，同时反应容器内放有磁子，反应容器上设有一个漏斗和一个 pH 温度计；

[0042] 步骤 4)：将密封好的反应容器浸入水箱中，打开超声波发生器使得附着在衬底上的大颗粒和油污脱落，同时打开磁力搅拌器，使反应溶液至合适的反应温度，反应容器内磁

子在合适的转速下搅拌溶液,当反应溶液的温度达到反应温度 50-90℃时,加入同温度的硫源(该硫源加入反应溶液前,置于加热台上加热至反应温度),获得总反应溶液,调整并记录 pH 值和温度,利用超声波发生器产生的闭合气泡的机械能和磁子在磁场驱动下转动产生的机械能搅拌反应溶液,使得反应容器内薄膜样品平整均匀附着于衬底上,有效减少大颗粒和油污的附着,反应时间为 15-45mins,直至在衬底上生长致密均匀的硫化镉薄膜;

[0043] 步骤 5):硫化镉薄膜制备好后用超声波清洗,氮气吹干后制得致密硫化镉薄膜,其厚度为 40-80nm,带隙为 2-3eV。

[0044] 上述实施例只为说明本实用新型的技术构思及特点,其目的在于让熟悉此项技术的人士能够了解本实用新型的内容并据以实施,并不能以此限制本实用新型的保护范围。凡根据本实用新型精神实质所作的等效变化或修饰,都应涵盖在本实用新型的保护范围之内。

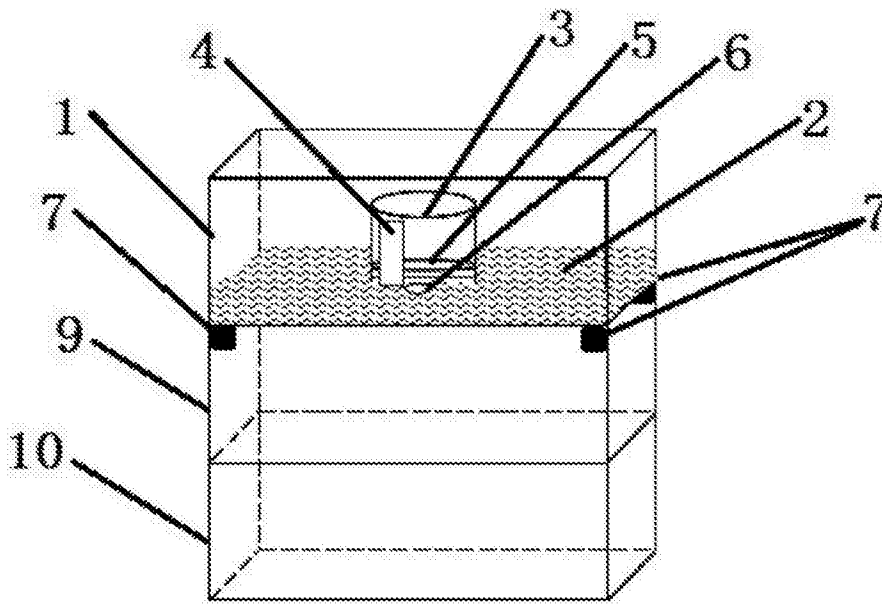


图 1

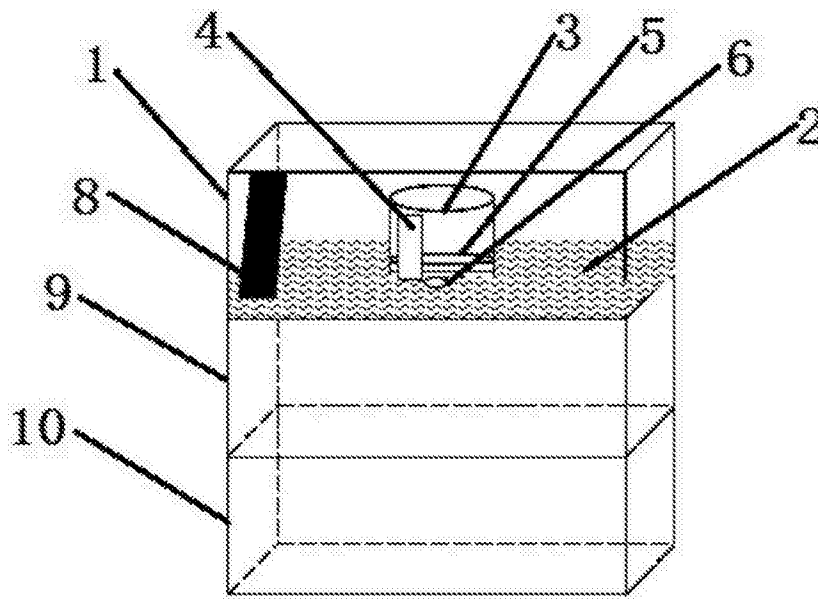


图 2