

ICPE-9000による化合物系 (CIGS) 太陽電池の分析

Analysis of CIGS Solar Cell by ICPE-9000

■はじめに

Introduction

太陽電池ではシリコンを使用しない化合物系が注目されています。Cu, In, Ga, Seを使用したCIGS太陽電池もそのひとつです。発電効率の向上等には、これらの成分比が重要になってきます。EDX（エネルギー分散型蛍光X線分析装置）で、このCIGS薄膜を非破壊で直接測定することは可能ですが、正確度等が要求される場合には、薄膜を溶液化し、濃度が保証された標準液で検量線を作成し定量する方法が確実です。この溶液化した試料の測定方法として複数の元素を同時分析できるICP発光分光分析法が有効です。

ここでは、ガラス基板上に成膜されたMo裏面電極層およびCIGS層を酸で溶解したものを、島津マルチタイプ発光分析装置ICPE-9000で分析した例をご紹介します。

F. Miyashita

■前処理

Pretreatment

今回、サンプルとして、25 mm × 40 mmのガラス基板にMo裏面電極層およびCIGS層が条件を変えて成膜されたもの4種類を、以下の方法で処理しました。なお、今回のサンプルは、株式会社高純度化学研究所様製のスパッタリングターゲットにて成膜されたものを使用させていただきました。

まずこれら基板を200 mLの各トールビーカーに一つずつ入れ、塩酸(1+1)5 mLを添加し、180 °Cにセットしたホットプレート上で加熱しました。さらに、濃硝酸1 mLを添加し、ガラス基板からはがれた薄膜部分がすべて溶解するまで加熱を続けました（約1時間）。冷却後、ガラス基板が落ちないように溶液部分を50 mLの全量フラスコに移しました。少量の純水で、ビーカー内部を3回程度に分けて洗浄し、この洗浄液も同じフラスコに移しました。最後に、純水で50 mLにメスアップし、測定用原液とし、実際の測定には、原液を純水で10倍希釈したものを使用しました。

■装置と測定条件

Analytical Method and Condition

定量は検量線法で行いました。装置の基本的条件はTable 1に、混合標準溶液の各元素の濃度と使用波長をTable 2に示します。混合標準液は原子吸光用標準液を混合して調製しました。

Table 1 装置および測定条件
Instrument and Analytical Conditions

装置	: ICPE-9000
高周波出力	: 1.2 kW
プラズマガス流量	: 10 (L/min)
補助ガス流量	: 0.6 (L/min)
キャリアーガス流量	: 0.7 (L/min)
試料導入	: 同軸ネプライザー
チャンバー	: サイクロンチャンバー
プラズマトーチ	: ミニトーチ
観測方法	: 軸方向

Table 2 各元素の標準液濃度(単位; mg/L) および使用波長
Concentration of Each Element for Standard Solution and Its Wavelength Used

元素	波長 (nm)	STD 1	STD 2	STD 3	STD 4
Cu	324.754	0	2	4	10
In	230.606	0	2	4	10
Ga	417.206	0.0	0.2	0.4	1.0
Se	203.985	0	2	4	10

■測定結果

Results

各元素の検量線をFig. 1~4に示します。測定の結果得られた各元素の測定溶液中濃度を、絶対量に換算した上、各元素の原子量で割ったモル数を出し、その比率を求めることにより、設計の比率と比較しました。一つのサンプルを例にした計算例をTable 3に、各サンプルの測定結果をCuを1とした元素のモル比で示したものをTable 4に示します。いずれも、設計された値と良く一致しています。なお、今回は、ガラス基板1枚あたり、あるいは、1 cm²あたりの量も計算していますが、モル比のみであれば、絶対量からのモル数を求め、この比率から計算できます。

EDXでは、標準物質が無い場合にマトリクスの影響で、正確な比率が得られない場合がありますが、逆にこのICPの測定結果を用いて補正すれば、同じ組成の薄膜については、正確な測定がEDXでも可能になります。

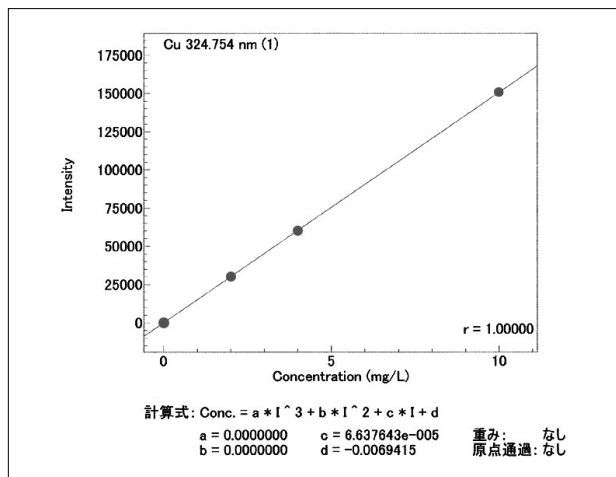


Fig. 1 Cuの検量線
Calibration Curve of Cu

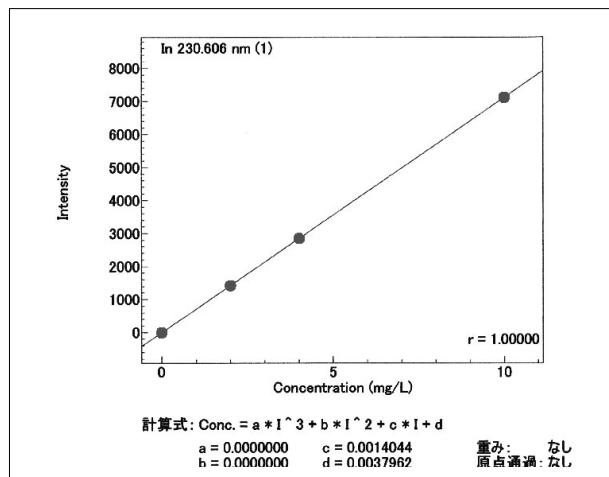


Fig. 2 Inの検量線
Calibration Curve of In

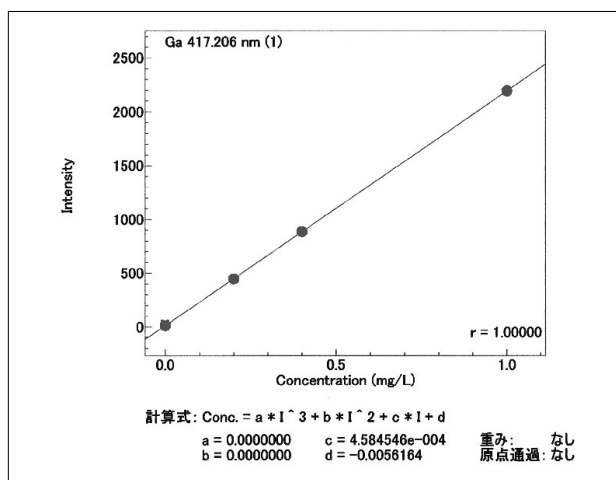


Fig. 3 Gaの検量線
Calibration Curve of Ga

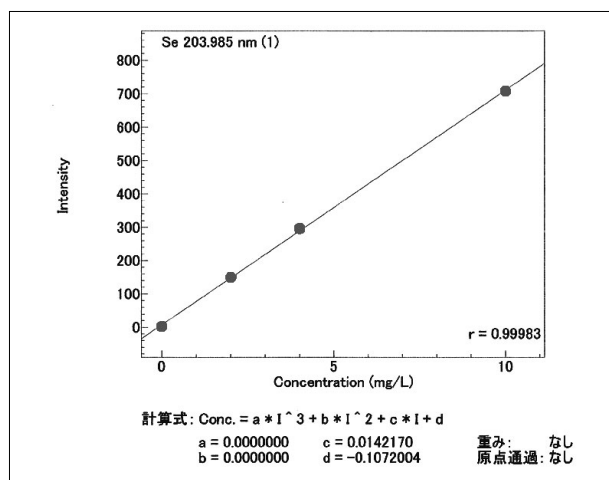


Fig. 4 Seの検量線
Calibration Curve of Se

Table 3 計算(換算)例
An Example of Conversion from The Concentration to The Mol Ratio

項目および [計算法]	Cu	In	Ga	Se	合計
① 測定中濃度 (mg/L)	3.02	4.40	0.654	7.76	
② 原液中 (50 mL) 濃度 (mg/L = μg/mL) [①の値の10倍]	30.2	44.0	6.54	77.6	
③ 1枚あたりの絶対量 (μg) [②の値の50倍]	1510	2200	327	3880	7917
④ 1cm ² あたりの絶対量 (μg) (1枚;10cm ²) [③を10で割ったもの]	151	220	32.7	388	791.7
⑤ 各元素の原子量	63.55	114.82	69.72	78.96	
⑥ 絶対量 (1枚あたり) μmol 数 [④の値を各原子量で割ったもの]	23.8	19.2	4.7	49.1	96.75
⑦ mol比 (= atom %) [100 × (各絶対量(⑥)を⑥の合計で割ったもの)]	24.6	19.8	4.8	50.8	
⑧ Cuを1とした時の比率 [⑦の各 mol比をCuのmol比24.6で割ったもの]	1.000	0.805	0.197	2.065	

Table 4 各サンプルの元素構成モル比および設計値
The Mol Ratio Results for Samples and Designed Value

	Cu	In	Ga	Se
サンプル1	1.000	0.805	0.197	2.065
サンプル2	1.000	0.791	0.196	2.064
サンプル3	1.000	0.791	0.199	2.063
サンプル4	1.000	0.797	0.198	2.065
設計値	1.000	0.800	0.200	2.000

初版発行: 2010年7月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691 (携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号 (075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。