# 光电化学与多孔薄关系毕业论文

来源：网络 作者：星月相依 更新时间：2024-01-08

*>摘要:采用二步电压氧化法制备了两组孔径及孔密度不同的TiO2纳米多孔薄膜，利用电化学测试方法对制备出的TiO2纳米多孔薄膜的开路电位-时间曲线、交流阻抗谱图以及计时电流曲线进行了测试，研究了多孔薄膜材料的孔径及孔密度对材料光电化学性能以...*

>摘要:采用二步电压氧化法制备了两组孔径及孔密度不同的TiO2纳米多孔薄膜，利用电化学测试方法对制备出的TiO2纳米多孔薄膜的开路电位-时间曲线、交流阻抗谱图以及计时电流曲线进行了测试，研究了多孔薄膜材料的孔径及孔密度对材料光电化学性能以及比表面积的影响。结果表明，制备出的具有不同孔径和孔密度的试片在光照情况下的电化学反应电阻均明显下降，相关电化学反应更容易发生;增大薄膜材料的比表面积有利于提高其光电性能，性能最佳的薄膜材料的孔径为103nm，孔密度为10108个/cm2。

>关键词:TiO2;纳米多孔薄膜;阳极氧化;孔径;孔密度

> 引言

随着全球工业化进程的加速，能源危机日益临近，环境污染问题及可再生新能源的开发越来越得到各国的重视。环境保护和可持续发展已成为人类必须考虑的首要问题。而太阳能是一种无污染并且取之不尽的可持续使用的能源。为实现太阳能的高效利用，研究效率高的光催化剂、光电化学电池以及太阳能电池等成为目前科学研究界的前沿领域[1]。TiO2作为一种来源丰富、价格低廉、性能稳定、对环境友好，并具有多种功能特性的半导体材料，一直以来在化工、电子、能源及环保等领域有重要的应用价值[2-5]。TiO2纳米材料在众多领域特别是作为高效催化剂和低成本染料敏化太阳能电池光阳极中广泛应用成为各大领域的研究热点[6]。然而TiO2只能利用紫外光，导致材料本身在太阳能利用方面效率偏低。因此，如何扩展TiO2的光谱响应范围，提高其光电性能一直以来被广大学者所关注。本文采用二步电压氧化法制备了具有不同孔径及孔密度的TiO2纳米多孔薄膜，通过测试TiO2纳米多孔薄膜的开路电位-时间曲线，交流阻抗谱图以及计时电流曲线研究了多孔薄膜材料的孔径以及孔密度对材料光电化学性能以及比表面积的影响。

> 1实验部分

> 1.1TiO2纳米多孔薄膜制备方法

首先对钛片基体进行封装和预处理，去除试样表面的氧化膜及油污层，封装及预处理步骤如下:1)将TA2钛片裁剪为80mm20mm0.15mm的试样，利用AB胶以及载玻片将裁剪好的钛箔进行封装，留出15mm15mm的待氧化区以及适当面积的导电连接区，如图1所示;2)用浸有丙酮的脱脂棉球擦拭钛片待氧化区表面，以去除封装过程中表面残留的AB胶以及部分油污;3)将封好的试片放入5%NaOH溶液中，在50℃下浸泡5min，蒸馏水清洗;4)将封好的试片放入0.5mol/L的硫酸溶液中室温下浸泡10s，蒸馏水冲洗;5)以钛基镀铂网为阳极，封好的试片为阴极，在电化学除油液中于10V电压下对试片进行阴极电解除油15s，蒸馏水冲洗干净后备用。采用硫酸溶液为电解液，将预处理后的试片与电源正极相连接，将作为对电极的钛基镀铂网与电源负极相连接，应用二步电压施加方式进行阳极氧化制备TiO2纳米多孔薄膜[7-8]。为研究孔径、孔密度对光电化学性质的影响，参考之前的制备条件[9-10]，分别氧化制备了两组样品，一组是孔径大小相似但孔密度不同的样品，另一组为孔密度大小相似但孔径不同的样品。

> 1.2TiO2纳米多孔薄膜的性能表征

采用CHI660E电化学工作站在室温下进行电化学测试。以制备的TiO2纳米多孔薄膜试片为工作电极，铂片为辅助电极，饱和甘汞电极(SCE)为参比电极，0.25mol/L的NaSO4溶液为电解液，组成三电极体系。电化学测试时将组装好的三电极体系放置于光化学反应器内的升降台上，调整升降台的高度以及三电极体系的位置，使反应器中用于模拟太阳光的内置氙灯光源(Solar-500)的光束能够垂直照射到纳米多孔薄膜表面。测试装置如图2所示。分别采用开路电位-时间曲线、计时电流-时间曲线以及交流阻抗谱图的测试方法对试片的光电性能、比表面积等进行表征。开路电位-时间曲线的测试在光照与非光照两种情况下交替进行，总的测试时间t为400s，光照与非光照的交替间隔t为100s。计时电流-时间曲线在非光照条件下测试，根据稳定电位设置测量参数，其中初始电位和高电位均设置为开路电位，为10mV，设定低电位，选择负向阶跃，半周期为25ms。该方法测试比表面积的原理实质是采用恒电位阶跃法测试电极真实表面积。根据双电层理论，当电极浸入电解液时，电极与溶液界面之间总存在双电层。在参比电极与研究电极之间施加小幅度的恒电位方波(方波幅值)，则流经研究电极的电流全部用于双电层充电，随着时间推移，充电电流逐渐减小，并且呈现如图3所示的变化规律。图3中阴影部分的面积为双电层电容器充电的电量Q，为电位阶跃值，i为响应电流，对i在响应时间t内进行积分即可计算出充电电容Cd。以汞电极双层充电电容值为标准值，记作CN，表示单位真实表面积上的电容值，从而可计算出研究电极的真实表面积S真，再手工测定研究电极的表观表面积S表，就可算出研究电极的比表面积S比。交流阻抗谱图的测试在光照及非光照两种条件下进行测试，测试电位为开路电位，电压幅度为5mV，频率范围为10mHz～10kHz，测试所得的交流阻抗谱图采用ZSimpWin软件进行模拟，等效电路图如图4所示。采用JEOLJSM6700F扫描电子显微镜测试氧化钛薄膜的表面形貌，在测试图片上任选5个微孔测量孔径并求出孔径平均值作为孔径数据;在测试图片上数出单位标尺面积内的孔的个数，通过图片标尺数据进行换算，求出每平方厘米内的孔的个数作为孔密度数据。

> 2结果与讨论

> 2.1孔密度对TiO2多孔薄膜光电特性的影响

为研究孔密度对于制备的TiO2纳米多孔薄膜光电特性的影响，根据之前的研究结果[9-10]，制备了一组孔径大小相似，但是孔密度相差较大的TiO2纳米多孔薄膜试片，并采用开路电位-时间曲线、计时电流-时间曲线以及交流阻抗图谱对制备出的试片的光电化学性能进行了分析。测试结果如图5及表1所示。图5为不同孔密度的TiO2纳米多孔薄膜开路电位-时间曲线，表1为相应的开路电位在光照和非光照下的变化值。由于光照能够促使纳米TiO2多孔薄膜表面产生光生电子及空穴对，生成的光生电子及空穴紧接着发生分离并扩散至电极与溶液接触面形成的双电层界面，使双电层的带电状况发生变化，进而改变双电层的结构，双电层结构的变化最终导致电极开路电位即稳定电位数值的改变。因此通过测试电极在光照及非光照两种情况下的开路电位，计算出该电位数值的变化，即来评价材料对于光的敏感性，电极材料对光照越敏感，开路电位的变化值越大，即材料的光电性能越好。从图5及表1的测试结果可以看出，当孔径为103nm，孔密度为10108个/cm2时，试片在光照和非光照时开路电压的变化值最大，即该孔径及孔密度的TiO2多孔薄膜对光照最敏感，具有最佳的光电化学特性。图6、图7分别为无光照及光照下不同孔密度的TiO2纳米多孔薄膜的交流阻抗谱图，表2为相应的交流阻抗谱图的模拟数据。由于阻抗谱图中阻抗半圆直径的大小对应着电化学反应电阻的大小，阻抗半圆直径越大即阻抗半圆弧越大意味着电化学反应电阻越大，即电化学反应进行越困难，因此可以通过测试光照及非光照下试片材料阻抗谱图，比较阻抗半圆直径的大小来评价材料的光电化学性能。从图6、图7及表2的测试及模拟结果可以看出，所有试片在光照情况下的电化学反应电阻均较非光照条件下明显下降，即所有试片均对光照具有敏感性，光照时相关电化学反应更容易发生。且经过进一步对比发现孔径为103nm，孔密度为10108个/cm2的试片在光照及非光照下均具有最小的电化学反应电阻，即该条件下的试片对光照最敏感，具有最佳的光电化学特性。此结论与开路电位-时间曲线的分析相一致。图8为不同孔密度的TiO2纳米多孔薄膜的计时电流-时间曲线，表3为通过对计时电流-时间曲线积分计算所得的相应的比表面积数值。通过表3的数据可以看出，孔径为103nm，孔密度为10108个/cm2的试片的比表面积最大，数值为11.30，而比表面积越大，越有利于提高材料的光电性能，由此可见该条件下的试片的性能应最佳，此结论与之前的开路电位-时间曲线以及交流阻抗谱图的分析结果相一致。综合以上分析可以看出，当孔径大小在103nm左右时，光电性能最佳的TiO2纳米多孔薄膜的孔密度为10108个/cm2。

> 2.2孔径对TiO2多孔薄膜光电特性的影响

为研究孔径对制备的TiO2纳米多孔薄膜光电特性的影响，根据之前的研究[9-10]，并结合2.1的分析结果，制备了一组孔密度为10108个/cm2左右，但是孔径相差较大的TiO2纳米多孔薄膜试片，并采用开路电位-时间曲线、计时电流-时间曲线以及交流阻抗谱图对制备出的试片材料的光电化学性能进行了分析。图9为不同孔径的TiO2纳米多孔薄膜开路电位-时间曲线，表4为相应的开路电位在光照和非光照下的变化值。从图9及表4可以看出，当孔径为103nm，孔密度为10108个/cm2时，试片在光照和非光照时开路电压的变化值最大，即该孔径及孔密度的TiO2多孔薄膜对光照最敏感，具有最佳的光电化学特性。图10、图11分别为无光照及光照下不同孔径的TiO2纳米多孔薄膜的交流阻抗谱图，表5为相应的交流阻抗的模拟数据。从图10、图11及表5可以看出，所有试片在光照情况下的电化学反应电阻均较无光照条件下明显下降，即所有试片均对光照具有敏感性，在光照情况下相关电化学反应更容易发生。且经过进一步对比发现，孔径为103nm，孔密度为10108个/cm2的试片在光照及非光照下均具有最小的电化学反应电阻，即该条件下的试片对光照最敏感，具有最佳的光电化学特性。此结论与开路电位-时间曲线的分析相一致。图12为不同孔径的TiO2纳米多孔薄膜的计时电流-时间曲线，表6为通过对计时电流-时间曲线积分计算所得的相应的比表面积数值。通过表6的数据可以看出，孔径为103nm，孔密度为10108个/cm2的试片的比表面积最大，数值为11.30。比表面积越大，越有利于提高材料的光电性能。由此可见该条件下的试片的性能最佳，此结论与开路电位-时间曲线以及交流阻抗谱图的分析结果相一致。综上分析可以看出，当孔密度在10108个/cm2左右时，电性能最佳的TiO2纳米多孔薄膜的孔径为103nm。

> 3结论

采用二步电压氧化法制备了两组孔径及孔密度大小不同的TiO2纳米多孔薄膜，采用电化学测试方法对制备的TiO2纳米多孔薄膜的开路电位-时间曲线、交流阻抗谱图以及计时电流-时间曲线进行了测试，研究了TiO2纳米多孔薄膜结构，包括多孔薄膜材料的孔密度和孔径对于材料光电化学性能以及比表面积的影响。结果表明，制备出的具有不同孔径和孔密度的试片在光照情况下的电化学反应电阻均明显下降，相关电化学反应更容易发生;增大薄膜材料的比表面积有利于提高其光电性能。当孔径大小在103nm左右时，光电性能最佳的TiO2纳米多孔薄膜的孔密度为10108个/cm2;而当孔密度大小在10108个/cm2左右时，光电性能最佳的TiO2纳米多孔薄膜的孔径为103nm。说明性能最佳的薄膜材料结构为孔径103nm，孔密度为10108个/cm2。

> 参考文献

[1]王芳.二氧化钛纳米结构材料的修饰和光电化学性质[D].苏州:苏州大学，202\_.

[2]畅文凯.纳米结构二氧化钛的可控制备及其光催化和光电性能[D].北京:北京化工大学，202\_.

[3]陆飞，丁孝飞，王赫，等.阳极氧化法制备TiO2多孔薄膜及其光电化学性能研究[J].电镀与精饰，202\_，37(10):1-5.

[4]巩运兰，李菲晖，白正晨，等.电压对钛阳极氧化薄膜形貌的影响[J].电镀与精饰，202\_，32(11):5-8.

[5]巩运兰，任云霞，杨云，等.电压施加方式在阳极氧化钛薄膜形成过程中的作用[J].化工学报，202\_，58(12):3185-3190.

本DOCX文档由 www.zciku.com/中词库网 生成，海量范文文档任你选，，为你的工作锦上添花,祝你一臂之力！