



(21)申請案號：103112479

(22)申請日：中華民國 103 (2014) 年 04 月 03 日

(51)Int. Cl. : C23C18/42 (2006.01)

H01G9/20 (2006.01)

H01G9/04 (2006.01)

(71)申請人：國立交通大學(中華民國) NATIONAL CHIAO TUNG UNIVERSITY (TW)

新竹市大學路 1001 號

(72)發明人：刁維光 DIAU, ERIC WEI GUANG (TW)；蔡佳宏 TSAI, CHIA HUNG (TW)；李陸

玲 LI, LU LIN (TW)；吳忻蕙 WU, HSIN HUI (TW)

(74)代理人：林火泉

(56)參考文獻：

TW 201308739

TW 201312843

審查人員：陳建安

申請專利範圍項數：12 項 圖式數：7 共 25 頁

## (54)名稱

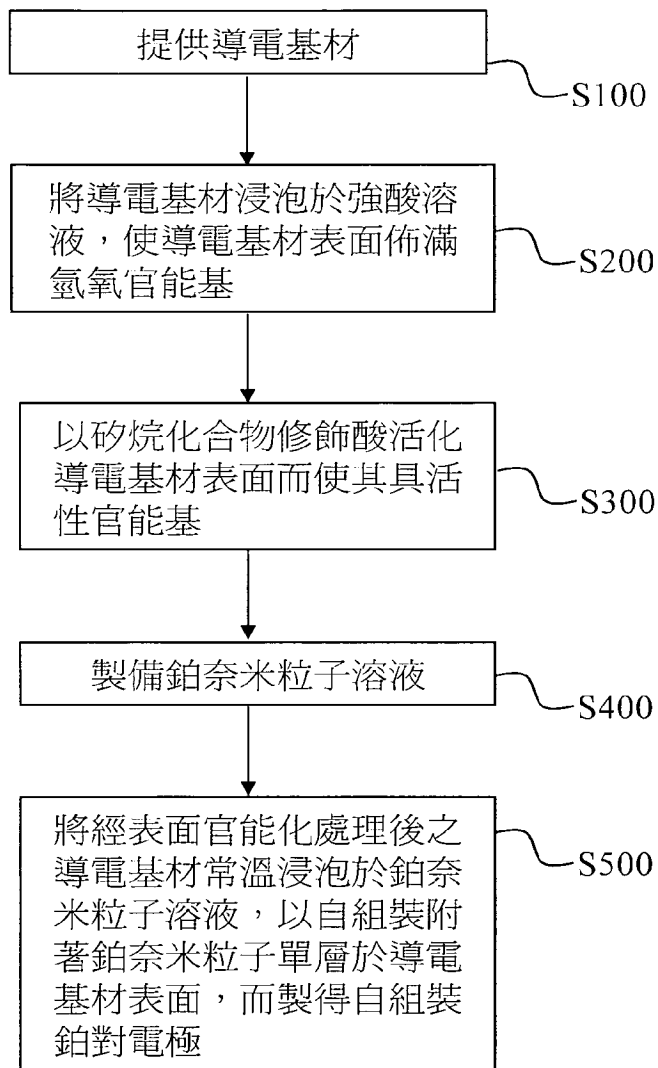
鉑奈米粒子溶液及自組裝鉑對電極之製備方法

MANUFACTURING METHOD OF PLATINUM NANOPARTICLES SOLUTION AND SELF-ASSEMBLED PLATINUM COUNTER ELECTRODE

## (57)摘要

一種鉑奈米粒子溶液及自組裝鉑對電極之製備方法，採用多元醇還原法並搭配適當的酸鹼值條件，便能調控還原反應的進行，來製作出尺寸極小且均勻分散之鉑奈米粒子及其溶液，接著，即可利用常溫浸泡方式，讓鉑奈米粒子自組裝吸附於經由表面官能化處理後的導電基材表面，來形成鉑奈米粒子單層結構，藉以獲得具有均勻單層表面的自組裝鉑對電極。由於本發明製程簡易，鉑的使用量極低，過程中不需添加任何穩定劑，且後續無需再進行熱處理，將有助於降低應用至染料敏化太陽能電池商業量產化的成本。

A manufacturing method of platinum nanoparticles solution and a self-assembled platinum counter electrode controls the reduction reaction at the appropriate pH conditions by the polyol reduction method. After the platinum nanoparticle dispersion solution of uniformly distributed platinum nanoparticles having small sizes is produced, the self-assembled platinum nanoparticles are adsorbed on the functionalized surface of a conductive substrate by dip coating at the normal temperature. Therefore, the structure of a platinum nanoparticles monolayer is formed, to obtain the self-assembled platinum counter electrode with a homogeneous single layer on the surface. This process is more simple without adding any stabilizers, without any subsequent heat treatments, and less amount of the platinum consumption. The cost of commercial production for the dye-sensitized solar cell application is reduced.



第1圖

## 發明摘要

※ 申請案號：

103112479

※ 申請日：

103. 4. 03

※IPC 分類：

C23C 18/42 (2006.01)

H01G 9/20 (2006.01)

H01G 9/04 (2006.01)

## 【發明名稱】(中文/英文)

鉑奈米粒子溶液及自組裝鉑對電極之製備方法 / Manufacturing Method of Platinum Nanoparticles Solution and Self-assembled Platinum Counter Electrode

## 【中文】

一種鉑奈米粒子溶液及自組裝鉑對電極之製備方法，採用多元醇還原法並搭配適當的酸鹼值條件，便能調控還原反應的進行，來製作出尺寸極小且均勻分散之鉑奈米粒子及其溶液，接著，即可利用常溫浸泡方式，讓鉑奈米粒子自組裝吸附於經由表面官能化處理後的導電基材表面，來形成鉑奈米粒子單層結構，藉以獲得具有均勻單層表面的自組裝鉑對電極。由於本發明製程簡易，鉑的使用量極低，過程中不需添加任何穩定劑，且後續無需再進行熱處理，將有助於降低應用至染料敏化太陽能電池商業量產化的成本。

## 【英文】

A manufacturing method of platinum nanoparticles solution and a self-assembled platinum counter electrode controls the reduction reaction at the appropriate pH conditions by the polyol reduction method. After the platinum nanoparticle dispersion solution of uniformly distributed platinum nanoparticles having small sizes is produced, the self-assembled platinum nanoparticles are

adsorbed on the functionalized surface of a conductive substrate by dip coating at the normal temperature. Therefore, the structure of a platinum nanoparticles monolayer is formed, to obtain the self-assembled platinum counter electrode with a homogeneous single layer on the surface. This process is more simple without adding any stabilizers, without any subsequent heat treatments, and less amount of the platinum consumption. The cost of commercial production for the dye-sensitized solar cell application is reduced.



**【代表圖】**

**【本案指定代表圖】**：第（ 1 ）圖。

**【本代表圖之符號簡單說明】**：

無

**【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】**：

# 發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

## 【發明名稱】(中文/英文)

鉑奈米粒子溶液及自組裝鉑對電極之製備方法 / Manufacturing Method of Platinum Nanoparticles Solution and Self-assembled Platinum Counter Electrode

## 【技術領域】

【0001】 本發明係有關於鉑對電極之製備方法的領域，應用於染料敏化太陽能電池，特別是指一種採用多元醇還原法製備鉑奈米粒子溶液及以低溫浸泡方式製備自組裝鉑對電極之方法。

## 【先前技術】

【0002】 染料敏化太陽能電池(DSSC)對電極使用的材料有許多種，而催化效能最好的當屬鉑電極，但是鉑的價格昂貴，為了降低成本，則必須製備出在基材表面極為均勻、製程簡單、可快速大量生產的鉑對電極。

【0003】 傳統鉑對電極的製程大略分為熱還原沉積法(thermal deposition)、濺鍍沉積法(sputtering deposition)、化學還原法等。其中，熱還原沉積法的溫度高達385°C，極為耗時和耗能，濺鍍沉積法則須損耗較多的鉑靶材在超高真空下進行，不僅耗時且成本昂貴，兩者皆不適宜商業化的量產製程。另外，則是以化學還原法(chemical reduction)製備鉑奈米粒子，再塗佈於電極基材上，此化學還原法通常需要使用穩定劑，例如聚乙烯吡咯烷酮(polyvinyl pyrrolidone, PVP)等高分子或界面活性劑(surfactant)，來穩定鉑奈米粒子的還原反應，使反應速率降低，以避免粒子間的相互聚集(aggregation)、減少總體表面積而降低其催化活性，使生

成較為均一、分散的粒子。雖然穩定劑的使用可以減少貴金屬的使用量，但是當含有穩定劑的溶液附著在電極基材表面上時，必須再藉由燒結的步驟來除去這些穩定劑，使得粒子與電極基材表面連結得更為緊密，並且改善高分子接觸到電解液使得串聯電阻上升、元件效率下降的情形產生。然而，經由燒結過程後，鉑奈米粒子的分布大小很難均勻地被控制，且較大顆粒經燒結後易聚集成島狀，此分布不均勻的狀態將使得貴金屬的使用量增加，產生多餘的浪費。同時，這個燒結過程是非常耗能、耗時的，不符合經濟效益，而且無法適用於軟性電極基材。

### 【發明內容】

【0004】 有鑒於此，本發明針對現有技術存在之缺失，其主要目的是提供一種鉑奈米粒子溶液及自組裝鉑對電極之製備方法，採用化學還原法當中的多元醇還原法 (polyol reduction)，以此種溫和的還原法搭配簡單的酸鹼調控方式，便能控制還原反應的進行，不需添加任何穩定劑，即可製作出粒徑極小且分散性良好的鉑奈米粒子及其溶液，繼而，再以常溫浸泡的方式製作具有單層且潔淨表面的自組裝鉑電極，俾使應用於染料敏化太陽能電池中，並特別適於批次生產的商業化製程。

【0005】 為實現上述目的，本發明提供一種鉑奈米粒子溶液之製備方法，是採用多元醇還原法，將前驅物六氯鉑酸 ( $H_2PtCl_6$ ) 均勻分散於乙二醇溶劑當中所形成的六氯鉑酸乙二醇溶液，緩慢升溫至 $100\sim 120^\circ C$ ，並迴流反應 $2\sim 5$ 小時，同時，利用調整酸鹼值的方式，以氫氧化鈉溶液來控制反應過程中動力學還原過程，當反應環境之酸鹼值為 $pH2.7\sim 4.9$ 時，可製得一理想的鉑奈米粒子溶液，其中的鉑奈米粒子將呈現勻相分散，且非常穩

定、不容易相互聚集。

【0006】 另外，本發明也提供一種自組裝鉑對電極之製備方法，在製備上述之鉑奈米粒子溶液之後，再利用超分子自組裝的原理，將經過表面官能化處理後的導電基材，常溫浸泡（dip coating）於鉑奈米粒子溶液中，使導電基材表面附著均勻、整齊且粒徑極小的鉑奈米粒子，而製得表面形成鉑奈米粒子單層的自組裝鉑對電極。此自組裝鉑對電極具有乾淨且為單層的表面結構，可以避免催化三價碘離子還原反應（IRR）時，電解液與鉑之間隔著導電性不佳的穩定劑，使得整體效率下降，並且，鉑的使用量將可以極小化，再加上無須熱處理步驟，故可達到節省生產成本和優化製程的目標，未來將可應用於染料敏化太陽能電池的商業化製程。

【0007】 底下藉由具體實施例詳加說明，當更容易瞭解本發明之目的、技術內容、特點及其所達成之功效。

#### 【圖式簡單說明】

##### 【0008】

第1圖，為本發明所提供之自組裝鉑對電極之製備方法的步驟流程圖。

第2圖，為本發明所提供之鉑奈米粒子溶液之製備方法的步驟流程。

第3 (a) ~ 3 (f) 圖，為以常溫浸泡方式製作鉑對電極表面的掃描式電子顯微鏡（SEM）之顯微結構圖，並依序表示反應溶液之pH值為1.5、2.0、2.7、3.7、4.9、5.6時的情況。

第4圖，為於最佳化條件下（pH值3.7時）所製作之自組裝鉑對電極的X光能量分散光譜儀（EDS）之元素分佈圖。

第5圖，為六氯鉑酸及反應溶液在不同pH值時的紫外-可見光吸收光譜圖。

第6圖，為六氯鉑酸及反應溶液於反應環境為pH3.7時進行還原反應時的紫外-可見光吸收光譜圖。

第7 (a) ~7 (e) 圖，為本發明中於最佳化條件 (pH值3.7時) 所製得的自組裝鉑對電極之高解析度穿透式顯微鏡的顯微結構圖，且第7 (a) ~7 (d) 圖依序表示刻度大小100奈米、20奈米、10奈米、2奈米，以及第7 (e) 圖為在0.2奈米的距離下鉑 (111) 的晶面。

#### 【實施方式】

【0009】 本發明所提供之鉑奈米粒子溶液及自組裝鉑對電極之製備方法，係採用多元醇還原法搭配調整酸鹼值的方式來控制還原反應速率，並以簡單的酸鹼檢量線以及紫外-可見光光譜來追蹤反應的進行，過程中不需燒結步驟、也不用添加穩定劑或保護劑，即可成功製作擁有最佳形貌與分布均勻性之鉑奈米粒子結構及其溶液，並將此種鉑奈米粒子溶液在常溫環境下以浸泡的方式，用於自組裝鉑電極之製作，此自組裝鉑電極因未有穩定劑或保護劑之包覆，且具有相當大之催化活性表面積，因而表現出優異催化性反映於元件效能。

【0010】 以下將詳細說明本發明的具體實施步驟及其實驗方法與結果分析。

【0011】 請參照第1圖，為本發明所提供之自組裝鉑對電極之製備方法的步驟流程，其步驟包含：首先，如步驟S100中，提供一導電基材，例如玻璃基材 (如FTO) 或軟性塑膠基材 (如ITO-PEN、ITO-PET)，並以步

驟S200和步驟S300來修飾導電基材的表面。如步驟S200中，先行配製體積比硫酸：雙氧水( $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}_2$ )= 4:1的強酸溶液(也稱為卡羅酸(Carro's acid)或食人魚蝕液(Piranha etch))，將導電基材浸於此強酸溶液3分鐘，之後，以去離子水沖洗其表面，再用氮氣槍吹乾。此步驟S200使導電基材表面更具有親水性，讓導電基材佈滿氫氧官能基；可由接觸角量測儀得知，由於氫氧官能基的上升，使得接觸角下降，表面親水性上升。若導電基材為軟性塑膠基材則省略此步驟S200。

● 【0012】 然後，如步驟S300中，以矽烷化合物修飾酸活化導電基材表面使其具活性官能基，其中活性官能基可包含硫醇基(-SH)、胺基(- $\text{NH}_2$ )、羧基(-COOH)或氫氧基(OH)。本實施例中，係配製0.56M之MPTMS(硫醇基丙基三甲氧基矽烷)乙醇溶液，將經步驟S200處理之導電基材浸入此MPTMS乙醇溶液中，常溫(295K)浸泡1小時，跟著，以助劑沖洗其表面來去除附著不佳之MPTMS分子，最後，再用氮氣槍吹乾。此步驟S200為表面官能化步驟，可使導電基材自組裝上一層硫醇官能基；可由接觸角量測儀得知，由於硫醇基官能基為疏水性官能基，表面親水性下降，接觸角下降。

● 【0013】 接續的步驟S400，請一併參照第2圖，說明本發明無需穩定劑，以pH值控制反應程度的多元醇還原法來製備鉑奈米粒子溶液的步驟流程，其步驟包含：首先，如步驟S410中，將六氯鉑酸( $\text{H}_2\text{PtCl}_6$ )均勻分散於乙二醇中，形成六氯鉑酸乙二醇溶液，如步驟S420，再取0.5 mM之六氯鉑酸乙二醇溶液為前驅物，於氫氣環境下，在30分鐘內緩慢升溫至100~120°C(較佳條件為110°C)，進行迴流反應2~5小時(較佳條件為4小時)，

並以濃度為 $6.23 \times 10^{-2}$  M的氫氧化鈉乙二醇溶液來調控六氯鉑酸乙二醇溶液的pH值，控制反應之穩定性，並以紫外-可見光（UV-Visible）光譜來追蹤反應的進行程度（詳細的實驗內容容后詳述）。當六氯鉑酸乙二醇溶液之pH值調控於2.7~4.9之間時，六氯鉑酸之還原速度能有效被抑制，且pH值為3.7時為反應的最佳化條件，可製得鉑奈米粒子呈現單一尺寸（粒徑可小於3nm）、勻相分散於乙二醇溶劑中的鉑奈米粒子溶液，此鉑奈米粒子溶液當中的鉑奈米粒子可維持一個月以上不會相互聚集，且可重複浸泡使用。

【0014】 隨後，如步驟S500，將經表面官能化處理後之導電基材，常溫浸泡於鉑奈米粒子溶液，使導電基材表面經由自組裝作用使鉑奈米粒子溶液中的鉑奈米粒子來產生附著，而形成一鉑奈米粒子單層，待8~24小時（較佳條件為15小時）後，以乙醇清洗，即可製得具有均勻、單層且為潔淨表面之自組裝鉑對電極。

【0015】 在本發明之實驗內容中，對於六氯鉑酸乙二醇溶液進行酸鹼度（pH值）調控的方式，是以3毫升（ml）濃度為5 mM的六氯鉑酸乙二醇溶液為前驅物，x ml濃度為 $6.23 \times 10^{-2}$  M的氫氧化鈉乙二醇溶液來調控pH值，再以 $27-x$  ml的乙二醇配成總體積為30 ml的反應溶液。當x的量分別由0增加至1.2、1.5、1.8、3、3.75 ml時，反應溶液之pH值會從未加鹼時的1.5提高為2.0、2.7、3.7、4.9、5.6。

【0016】 請參照第3（a）~3（f）圖，為在常溫環境下以浸泡的方式製作鉑對電極表面的掃描式電子顯微鏡（SEM）之顯微結構圖，並依序表示反應溶液之pH值為1.5、2.0、2.7、3.7、4.9、5.6時的情況。由實驗結果發現，反應溶液之pH值變化可以調控溶液中粒子大小和分布穩定度，故對於

自組裝鉑對電極表面的鉑奈米粒子結構形貌有著顯著的影響。在低pH值的條件下，如第3 (a) 圖中， $\text{Pt}^{\text{IV}}$ 快速還原成 $\text{P}^{\text{0}}$ ，故晶體很難均勻的成長，表面產生嚴重的聚集 (aggregation)，形成不規則的奈米簇合物，並覆蓋於導電基材上。隨著pH值增加，如第3 (b) 圖中，其鉑奈米粒子的聚集程度稍微下降，形成一些分枝狀的形貌，但仍不均勻。當pH值提高至2.7時，如第3 (c) 圖中，鉑奈米粒子形貌趨於穩定。當pH值為3.7時，如第3 (d) 圖中，鉑奈米粒子形貌非常穩定，且鉑奈米粒子大小大約10奈米左右，另外，由X光能量分散光譜儀 (EDS) 之元素分佈分析，如第4圖所示，可發現鉑奈米粒子是相當密集且非常均勻地佈滿在整個導電基材表面。當pH值提高到5.6時，如第3 (e) 圖中，在導電基材表面上較難看到鉑奈米粒子，這是由於六氯鉑酸之還原受到較大限制，導致其奈米結構生成過慢且整體還原不完全，因而在導電基材之附著量非常稀少。此結果也可由紫外-可見光吸收光譜得到證實，請參照第5圖，為六氯鉑酸及反應溶液在不同pH值時的紫外-可見光吸收光譜圖，當吸收度測為0.1時即表示反應完成。

【0017】 另外一方面，請參照第6圖，為六氯鉑酸及反應溶液於反應環境為pH3.7時進行還原反應時的紫外-可見光吸收光譜圖，其中 (a) 區域之曲線分別表示六氯鉑酸及反應溶液於不同反應溫度 (依序為 $82^{\circ}\text{C}$ 、 $99^{\circ}\text{C}$ 、 $107^{\circ}\text{C}$ 、 $110^{\circ}\text{C}$ ) 下之數據，(b) 區域之曲線表示反應溶液於反應溫度 $110^{\circ}\text{C}$ 以不同反應時間 (依序為60分鐘、120分鐘、180分鐘、240分鐘) 下之數據。由實驗結果可以發現，本發明之多元醇還原反應的最佳化條件為：反應溶液於酸鹼值為pH3.7時，加熱至 $110^{\circ}\text{C}$ 反應4小時。而此多元醇還原反應的過程中，可分成兩個步驟：(1) 從常溫加熱反應前驅物至 $110^{\circ}\text{C}$ ，此步驟為形



成奈米簇合物或是微小奈米粒子的過程。(2) 於110°C之溫度下，迴流反應四小時，此為晶核成長的步驟。

**【0018】** 接下來，請參照第7(a)~7(e)圖，為本發明中於最佳化條件(反應環境pH值為3.7)所製得的自組裝鉑對電極之高解析度穿透式顯微鏡的顯微結構圖，且第7(a)~7(d)圖依序表示刻度大小100奈米、20奈米、10奈米、2奈米，以及第7(e)圖為在0.2奈米的距離下鉑(111)的晶面。結果可以證實本發明在最佳化條件(pH3.7)下，已實際製作出單層且乾淨的自組裝鉑對電極表面，使總活性表面積達到最大，在最小的鉑使用量上達到最佳的催化活性。其中，第7(e)圖顯示第7(d)圖中的虛線方框區域，在相鄰的兩晶格條紋距離為0.23nm，符合鉑晶格為{111}的晶格間距，而{111}的晶格面在三價碘離子的還原反應中具有良好的效果。

**【0019】** 當鉑與三價碘離子間有保護劑或是穩定劑的阻礙時，會使催化還原的效果下降，因此染料敏化太陽能電池之對電極表面的乾淨程度顯得十分重要，基於此特點，本發明所製作出的自組裝鉑對電極，其潔淨表面可免於電荷傳遞(charge transfer)中介質的阻礙，可以很有效的增進三碘離子還原反應(IRR)。

**【0020】** 此外，由感應耦合電漿質譜分析儀(ICP-MS)測出的數據，可以得知本發明製作的自組裝鉑對電極(特別是指最佳化條件pH3.7下)具有非常低的鉑金屬含量，可節省傳統熱還原法鉑使用量約20%，將成本降至本來的五分之一以下，非常有利於染料敏化太陽能電池之商業化製程。

**【0021】** 進一步地，本實驗內容係包含對於由本發明及習知方法製作之鉑對電極所組裝的DSSC元件來進行元件效能測試。以下係以縮寫TD表示

使用傳統熱還原鉑對電極，SAM表示使用本發明所製得之自組裝鉑對電極，CED表示使用電化學沉積鉑對電極。

【0022】 請參見表一，列示不同鉑對電極搭配高效率二氧化鈦陽極材料與Z907染料之DSSC元件的光電轉換效率；其中， $J_{sc}$ 為短路電流， $V_{oc}$ 為開路電壓，FF為填充因子，以及 $\eta$ 為光電轉換效率。由表一可以得知，以染料Z907作為敏化劑並用相同的陽極組裝的DSSC元件中，使用傳統熱還原鉑對電極時的光電轉換效率為9.1%，而本發明所製作的自組裝鉑對電極之光電轉換效率可達9.2%，顯見自組裝鉑對電極可在DSSC元件上展現良好的效能。

【0023】 表一

對電極	$J_{sc}$ /mA cm <sup>-2</sup>	$V_{oc}$ /mV	FF	$\eta$ /%
TD/FTO	17.2	765	0.691	9.1
SAM/FTO	17.2	770	0.682	9.0
CED/ITO	17.1	774	0.701	9.3
SAM/ITO	17.4	764	0.691	9.2

【0024】 另外，請參見表二，列示了不同鉑對電極之電化學交流阻抗分析數據；其中， $R_s$  (internal resistance) 為電池內阻，即導電基材包含外電路的阻抗， $R_{ct}$  (charge transfer resistance) 為介面阻抗，也就是電解液中三碘離子於對電極表面進行還原反應之電荷轉移阻抗。由表二可以得知，本發明自組裝鉑對電極對三價碘離子還原反應 (IRR) 具有良好的效果，當傳統熱還原鉑對電極的 $R_{ct}$ 為4.0 $\Omega$ 時，自組裝鉑對電極的 $R_{ct}$ 可達3.3 $\Omega$ ，串聯電阻也相對較小，這些都十分有利於介面間的電荷傳遞。總結 $R_s$ 與 $R_{ct}$ 之實驗數據所得到的結果，自組裝鉑對電極具有與傳統熱還原鉑對電極相比擬的催化效能，低溫製程使其可製備於片電阻較小但熱穩定性不佳的ITO導電

基材或是無法進行高溫製程的軟性基材上，整體來說更具有應用性與發展性；而相較於電化學沉積鉑對電極，自組裝鉑對電極以少量之鉑含量即能達到相當程度的催化效果，因此更具經濟效益。

【0025】 表二

對電極	$R_s$ / $\Omega$	$R_{ct}$ / $\Omega$
TD/FTO	15.2	4.0
SAM/FTO	14.7	3.3
CED/ITO	10.5	2.3
SAM/ITO	10.7	3.7

【0026】 綜而言之，根據本發明所提供的鉑奈米粒子溶液及自組裝鉑對電極之製備方法，係藉由多元醇還原法搭配適當的酸鹼調控，即可製作出勻相分散的鉑奈米粒子及其溶液，並進一步透過簡單的常溫浸泡方式，而可製備出具有單層潔淨表面的自組裝鉑對電極層，其具有極佳的電荷傳遞功能。藉此，本發明之製備方法包含有下列優勢：

- (1) 無需使用任何高分子或界面活性劑，以酸鹼調控即可進行勻相反應，並且生成均一大小的觸媒粒子。
- (2) 無需額外還原劑，本發明使用之溶劑即兼具還原劑之效果，過程為極溫和的還原反應，因此可精準控制反應進行。
- (3) 無需額外的燒結步驟，在節省批次生產的成本與時間上，也可獲得極低的介面電阻與串聯電阻，並達到較佳的元件效能。
- (4) 在導電基材表面使用的是官能基活化的動作，因此可利用如 $O_3$ 進氣或是其他種官能化步驟，可應用於較廣的基材範圍。
- (5) 本發明為低溫製程，可輕易地實施於不同導電基材上，其中包含片電阻低但熱穩定性差之基材，如ITO；無法承受高溫之可撓曲軟性基材，

如ITO-PEN及ITO-PET等。

- (6) 由還原反應所得之鉑奈米粒子粒徑極小（約3~5nm）、大小均一且分布均勻，可使總催化體表面積極大化，使用最少的貴金屬完全發揮其最大的催化價值。
- (7) 因為自組裝鉑對電極表面為均勻、整齊之單層奈米結構，可大幅減低鉑對電極製備所需的成本及時間，並可大幅減少鉑的使用量，將有助於降低未來染料敏化太陽能電池商業量產化的成本。

【0027】 唯以上所述者，僅為本發明之較佳實施例而已，並非用來限定本發明實施之範圍。故即凡依本發明申請範圍所述之特徵及精神所為之均等變化或修飾，均應包括於本發明之申請專利範圍內。

#### 【符號說明】

【0028】

無

## 申請專利範圍

1. 一種鉑奈米粒子溶液之製備方法，包含下列步驟：

提供一六氯鉑酸乙二醇溶液；及

將該六氯鉑酸乙二醇溶液升溫至100~120°C，進行迴流反應2~5小時，

並以一氫氧化鈉溶液調控該六氯鉑酸乙二醇溶液之pH值於2.7~4.9之間，即製得該鉑奈米粒子溶液。

2. 如請求項1所述之鉑奈米粒子溶液之製備方法，其中該六氯鉑酸乙二醇溶液係由氯鉑酸（ $H_2PtCl_6$ ）均勻分散於乙二醇中所形成。

3. 如請求項1所述之鉑奈米粒子溶液之製備方法，其中該六氯鉑酸乙二醇溶液係升溫至110°C，並進行迴流反應4小時。

4. 如請求項1所述之鉑奈米粒子溶液之製備方法，其中該六氯鉑酸乙二醇溶液係以該氫氧化鈉溶液調控pH值至3.7。

5. 一種自組裝鉑對電極之製備方法，包含下列步驟：

提供一導電基材，並將該導電基材進行表面官能化處理；

製備一鉑奈米粒子溶液，其步驟包含：

提供一六氯鉑酸乙二醇溶液；及

將該六氯鉑酸乙二醇溶液升溫至100~120°C，進行迴流反應2~5小

時，並以一氫氧化鈉溶液調控該六氯鉑酸乙二醇溶液之pH值於2.7

~4.9之間，即製得該鉑奈米粒子溶液；及

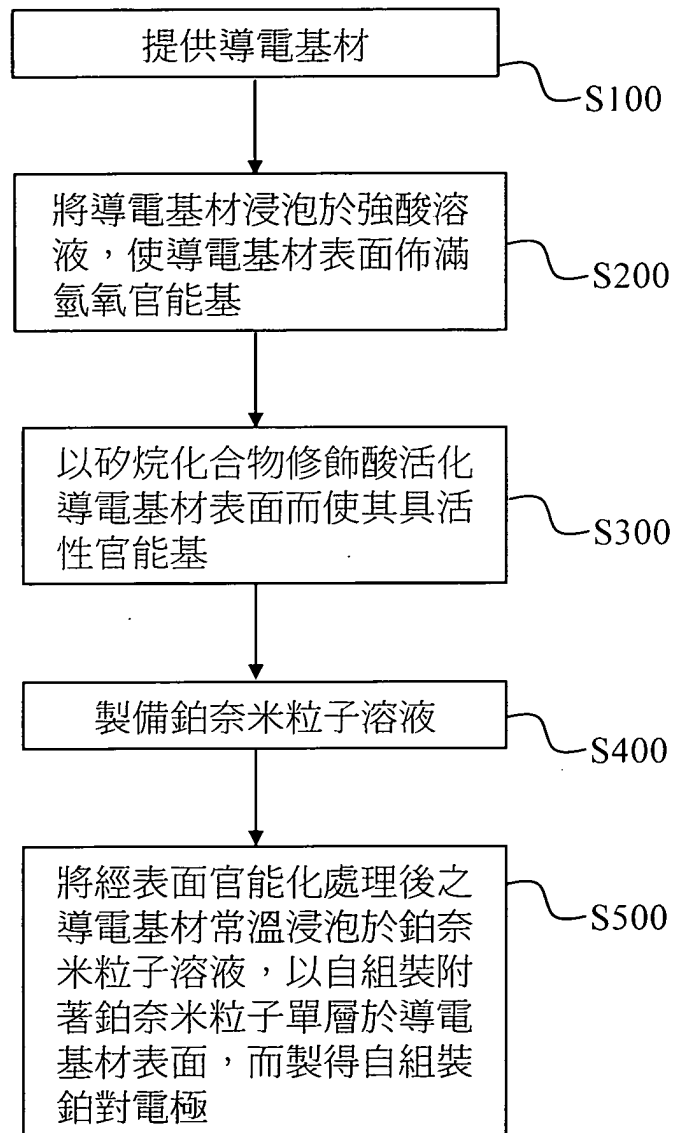
將經表面官能化處理後之該導電基材常溫浸泡於該鉑奈米粒子溶液，以

自組裝附著一鉑奈米粒子單層於該導電基材表面，而製得該自組裝鉑

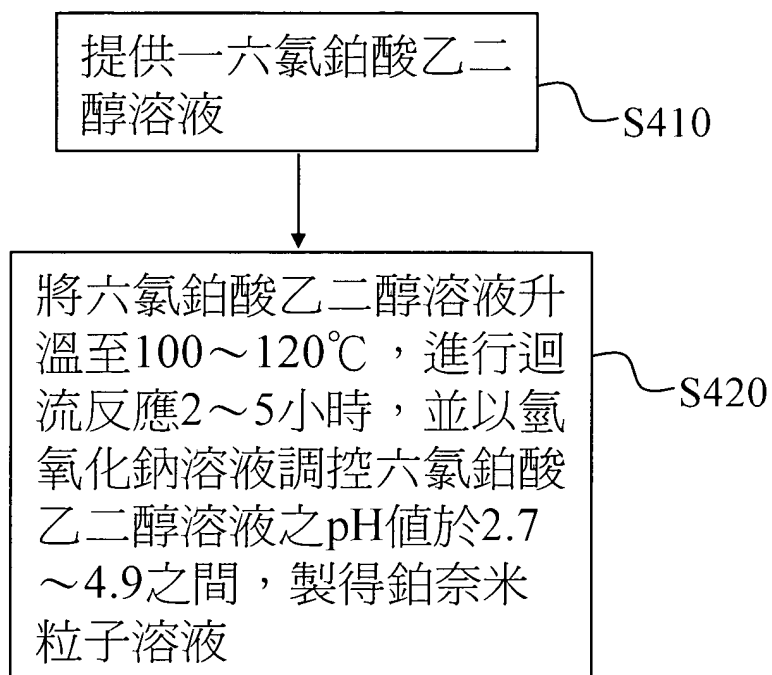
對電極。

6. 如請求項5所述之自組裝鉑對電極之製備方法，其中該導電基材係玻璃基材或軟性塑膠基材。
7. 如請求項5所述之自組裝鉑對電極之製備方法，其中該導電基材表面官能化處理的步驟，係以矽烷化合物修飾酸活化該導電基材表面而使其具一活性官能基，該活性官能基包含硫醇基（-SH）、胺基（-NH<sub>2</sub>）、羧基（-COOH）或氫氧基（OH）。
8. 如請求項7所述之自組裝鉑對電極之製備方法，其中該導電基材表面官能化處理的步驟之前，更包含該導電基材浸泡於一強酸溶液，使該導電基材表面佈滿氫氧官能基。
9. 如請求項5所述之自組裝鉑對電極之製備方法，其中該六氯鉑酸乙二醇溶液係由氯鉑酸（H<sub>2</sub>PtCl<sub>6</sub>）均勻分散於乙二醇中所形成。
10. 如請求項5所述之自組裝鉑對電極之製備方法，其中該六氯鉑酸乙二醇溶液係升溫至110°C，並進行迴流反應4小時。
11. 如請求項5所述之自組裝鉑對電極之製備方法，其中該六氯鉑酸乙二醇溶液係以該氫氧化鈉溶液調控pH值至3.7。
12. 如請求項5所述之自組裝鉑對電極之製備方法，其中經表面官能化處理後之該導電基材係浸泡於該鉑奈米粒子溶液8~24小時。

## 圖式

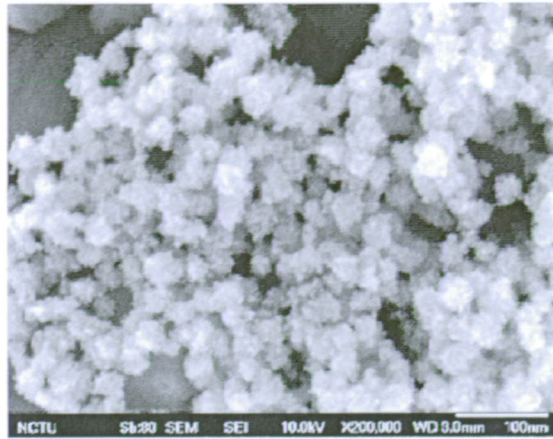


第1圖

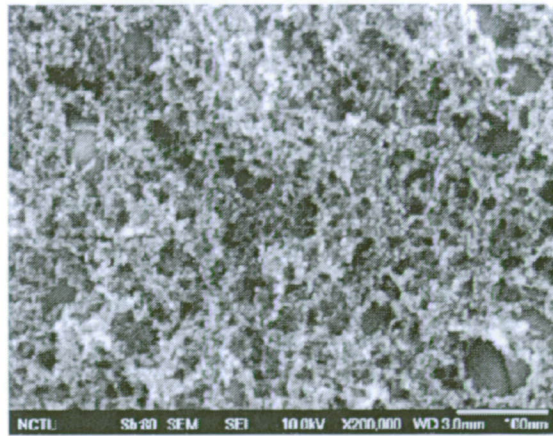


第2圖

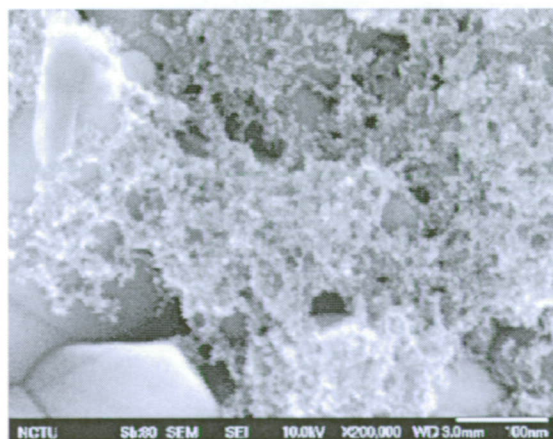




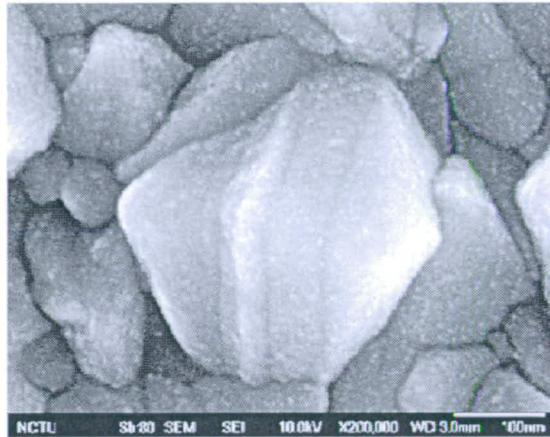
第3(a)圖



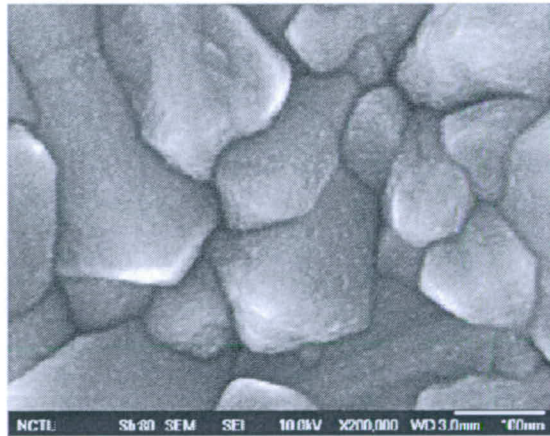
第3(b)圖



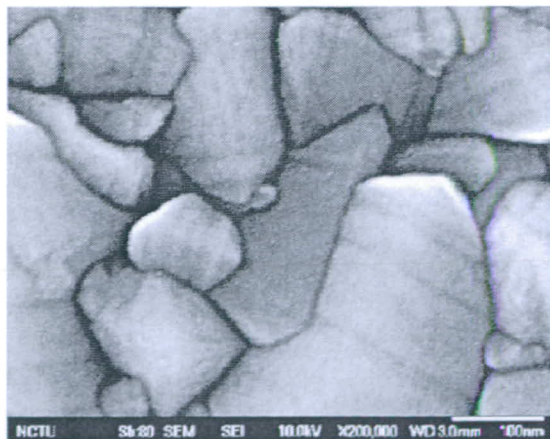
第3(c)圖



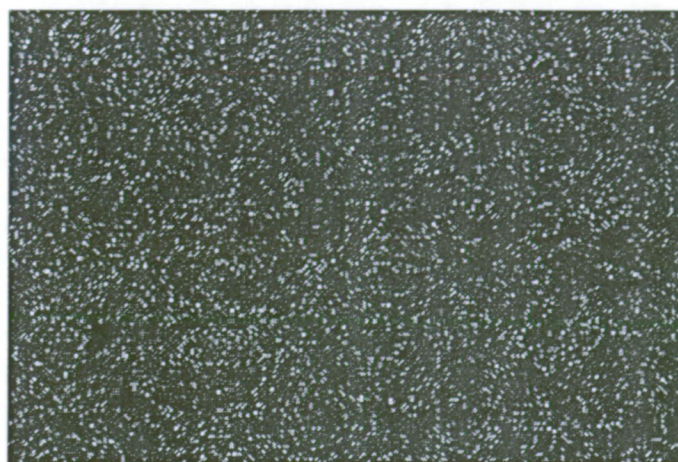
第3(d)圖



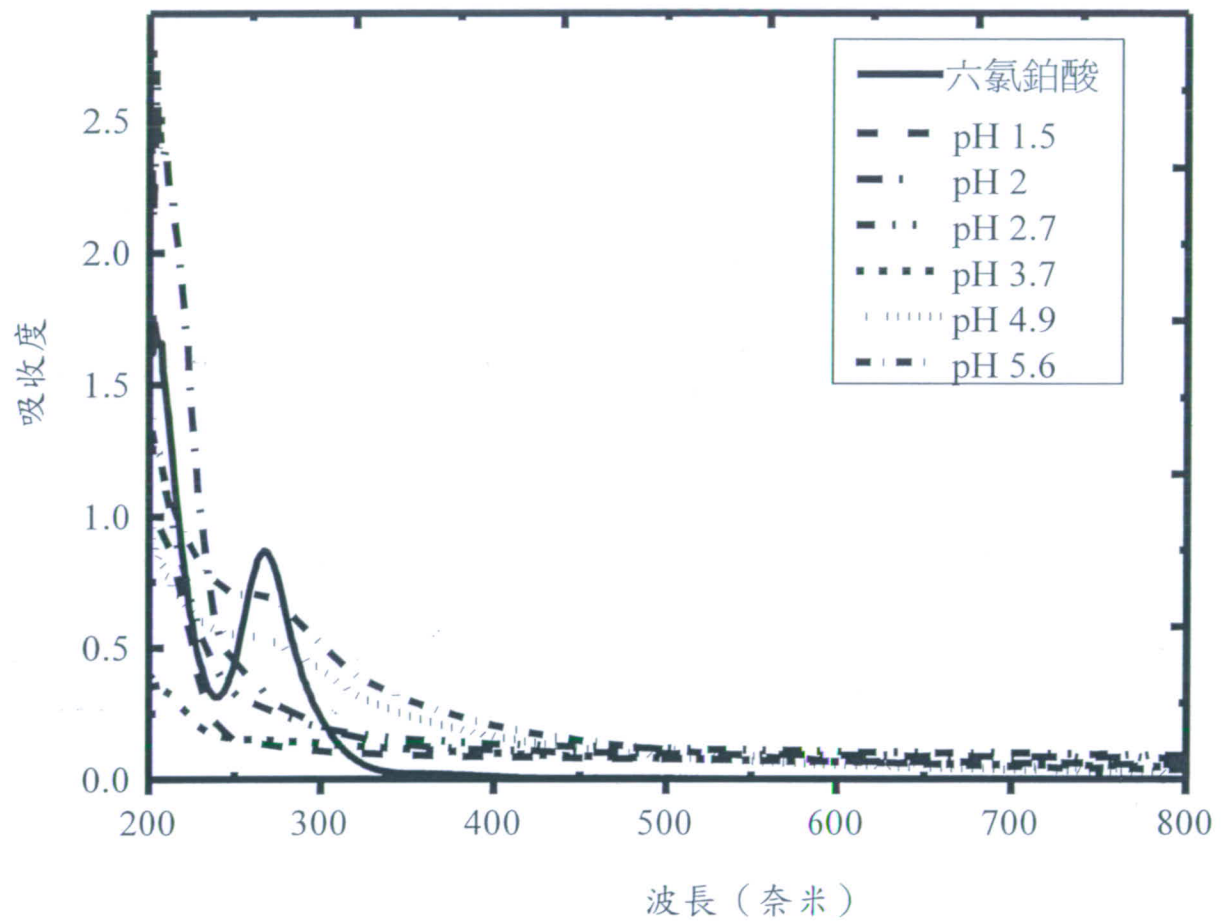
第3(e)圖



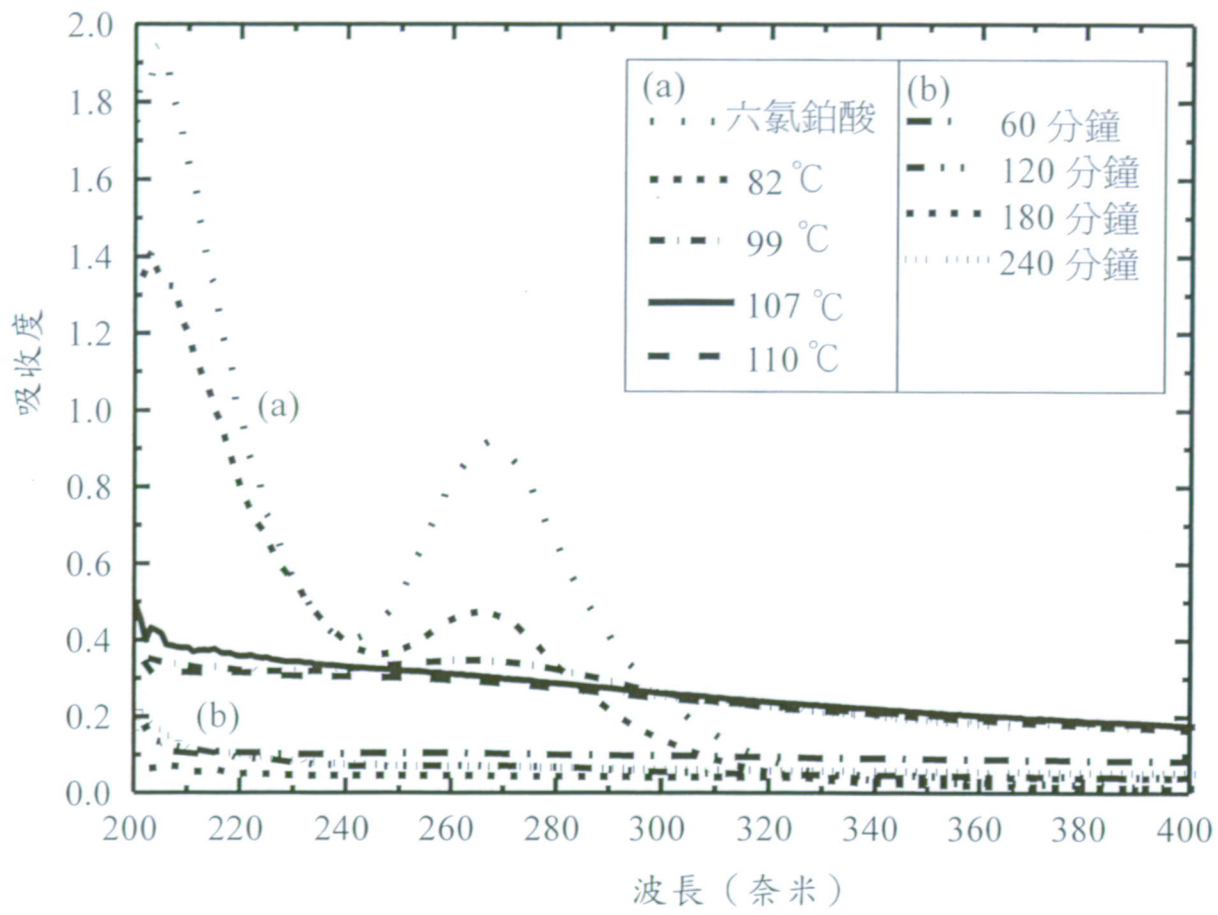
第3(f)圖



第4圖

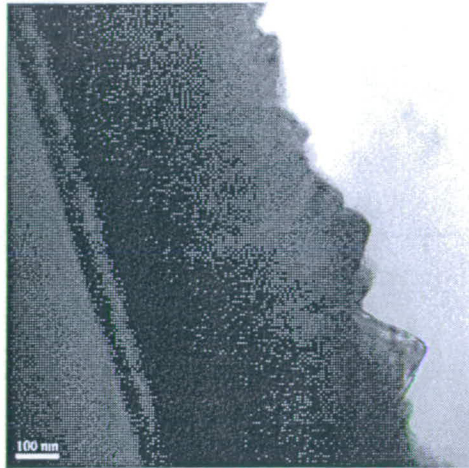


第5圖

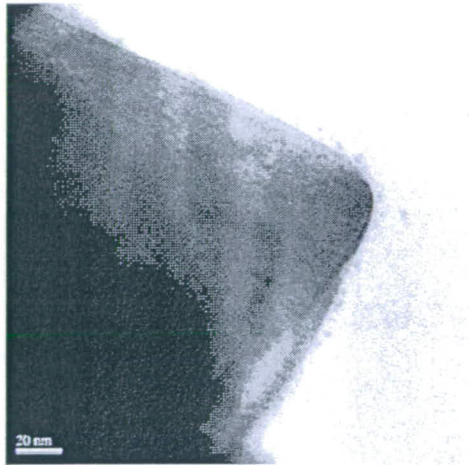


第6圖

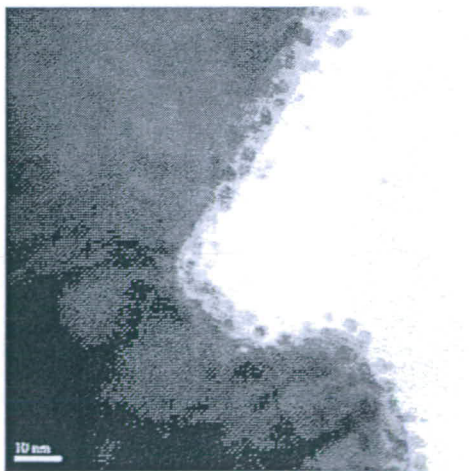




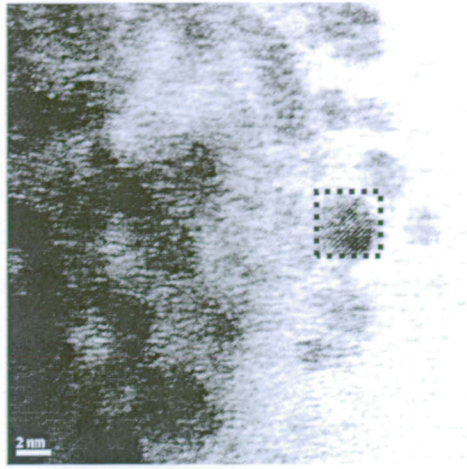
第7(a)圖



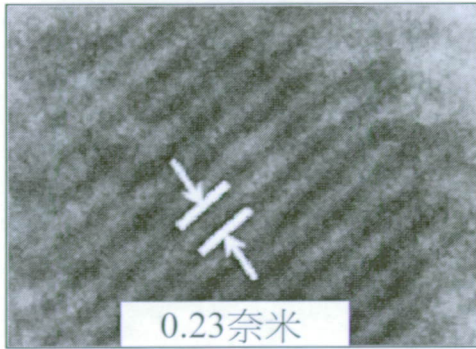
第7(b)圖



第7(c)圖



第7(d)圖



第7(e)圖