



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110408385 A

(43)申请公布日 2019.11.05

(21)申请号 201810394075.0

(22)申请日 2018.04.27

(71)申请人 TCL集团股份有限公司

地址 516006 广东省惠州市仲恺高新技术
开发区十九号小区

(72)发明人 黄盼宁 杨一行

(74)专利代理机构 深圳中一专利商标事务所

44237

代理人 左光明

(51)Int.Cl.

C09K 11/54(2006.01)

C01G 9/02(2006.01)

B82Y 40/00(2011.01)

权利要求书1页 说明书8页

(54)发明名称

氧化锌量子点材料及其制备方法和应用

(57)摘要

本发明提供了一种氧化锌量子点材料其制备方法和应用。所述氧化锌量子点材料在其晶格处掺杂有氮。其制备方法包括氧化锌量子点薄膜的制备、氧化锌量子点薄膜中N、H共掺和N-H化学键的断裂热处理等步骤。本发明氧化锌量子点材料氮的掺杂量高，氮的活性高，且稳定，其制备方法工艺条件易控，工艺步骤少，有效简化了工艺步骤，可重复性高，降低了生产成本，从而使得其能够有效被用于电致发光器件、太阳能电池、探测器领域中。

1. 一种氧化锌量子点材料，其特征在于：所述氧化锌量子点材料的晶格处掺杂有氮。
2. 根据权利要求1所述的氧化锌量子点材料，其特征在于：所述氮掺杂的摩尔含量为0.6%-5%；和/或
所述氮是掺杂在氧化锌的氧晶格处。
 3. 一种氧化锌量子点薄膜，其特征在于：含有权利要求1-2任一项所述的氧化锌量子点材料。
 4. 根据权利要求3所述的氧化锌量子点材料，其特征在于：所述氧化锌量子点薄膜的厚度为5-50nm。
 5. 一种氧化锌量子点材料的制备方法，其特征在于，包括如下步骤：
在衬底上生长初始氧化锌量子点；
将生长有所述初始氧化锌量子点的所述衬底在含有氢源和氮源气体的气氛中进行第一热处理，形成氧化锌量子点材料前驱体；
将生长有所述氧化锌量子点材料前驱体的所述衬底在含氧气气氛中进行第二热处理。
 6. 根据权利要求5所述的制备方法，其特征在于：所述第一热处理的温度位80-150℃，时间为5-20min；和/或
所述第二热处理的温度为400-600℃，时间为20-60min，氧气的流量为60-100sccm；和/或
含有所述氢源和氮源气体包括氮气与氢气的混合气体、氨气中的至少一种。
 7. 一种氧化锌量子点薄膜的制备方法，其特征在于，包括如下步骤：
在衬底上生长初始氧化锌量子点薄膜；
将生长有所述初始氧化锌量子点薄膜的所述衬底在含有氢源和氮源气体的气氛中进行第一热处理，形成氧化锌量子点薄膜前驱体；
将生长有所述氧化锌量子点薄膜前驱体的所述衬底在含氧气气氛中进行第二热处理。
 8. 根据权利要求7所述的制备方法，其特征在于：所述第一热处理的温度位80-150℃，时间为5-20min；和/或
所述第二热处理的温度为400-600℃，时间为20-60min，氧气的流量为60-100sccm；和/或
含有所述氢源和氮源气体包括氮气与氢气的混合气体、氨气中的至少一种。
 9. 根据权利要求7或8所述的制备方法，其特征在于，所述在衬底上生长初始氧化锌量子点薄膜的步骤包括：
在所述衬底上沉积氧化锌缓冲层，对所述氧化锌缓冲层进行退火处理后，在所述氧化锌缓冲层外表上生长初始氧化锌量子点薄膜。
 10. 根据权利要求1-2任一所述的氧化锌量子点材料或根据权利要求3-4任一所述的氧化锌量子点薄膜在电致发光器件、太阳能电池、探测器领域中的应用。

氧化锌量子点材料及其制备方法和应用

技术领域

[0001] 本发明属于半导体材料技术领域,具体涉及一种氧化锌量子点材料及其制备方法和应用。

背景技术

[0002] 氧化锌是一种非常典型的半导体发光材料,具有各种不同的表面形态结构,其在光电、热电、铁磁、铁电以及压电等诸多领域都有着独特的性能。尤其是在光电显示领域,氧化锌作为一种新型的短波长发光器件材料,具有广泛的发展潜力及应用空间,氧化锌作为一种宽禁带半导体材料被人们寄予了厚望。

[0003] 氧化锌的禁带宽度为 3.37eV ,激子结合能为 60meV ,远远高于其他宽禁带半导体材料,理论上氧化锌激子在室温下也是非常稳定的,可以实现室温下或者更高温度下高效的激子受激发光,因此氧化锌在短波长光电显示领域有着极大的应用潜力,如紫蓝光发光二极管和激光器等等,可作为白光的起始材料。另外,在低维材料中,由于量子约束效应的存在,氧化锌会展现出更加优异的光电特性,特别是对于三维限制体系内的氧化锌量子点来说,其量子约束效应十分明显,因此基于氧化锌纳米光电材料的器件备受关注。

[0004] 目前,针对氧化锌的研究工作已经在全世界范围内广泛地开展开来,然而为了实现氧化锌材料作为紫外激光器件的商业化生产,必须要实现氧化锌的电注入,而要解决这一问题的关键点在于需要获得低阻的n型以及p型氧化锌材料。由于氧化锌本身的特质,在不进行掺杂的情况下就可以非常容易的获得n型氧化锌材料。而由于其自补偿效应的存在,使得p型氧化锌很难通过自身的本征缺陷进而获得,必须通过外来元素的掺杂来辅助实现。

[0005] 氧化锌要实现在光电领域的广泛应用,首先必须要制备出性能良好的n型以及p型氧化锌材料,并且将其结合形成性能优异的氧化锌同质结。由于氧化锌中存在诸多本征施主缺陷,对受主掺杂产生高度自补偿效应,因而天然为n型半导体材料,高质量的n型氧化锌比较容易实现,但是氧化锌的p型掺杂由于其本身固有的极性因此难以实现,这也是目前制约氧化锌在实际应用中的瓶颈及难点所在,也是其主要面临的挑战。

[0006] 因此,现在困扰着氧化锌材料发展的主要就是p型氧化锌材料的制备。迄今为止,研究者们已经尝试了多种方式来制备p型氧化锌材料,其主要方式有:分子束外延、化学气相沉积、磁控溅射以及激光脉冲沉积等。但是上述的设备技术由于使用成本较高、实验操作过程复杂、可重复性较低,以及获得的p型氧化锌不稳定,因此,如果提供一种稳定的p型氧化锌,而且有效简化起生产工艺,提高生产的重复,降低生产成本是本领域一直努力解决的技术问题。

发明内容

[0007] 本发明的目的在于克服现有技术的上述不足,提供一种氧化锌量子点材料及其制备方法,以解决在现有氧化锌性能稳定性差,工艺复杂,重复性不理想等技术问题。

[0008] 本发明的另一目的在于提供一种氧化锌量子点薄膜及其制备方法,以解决在现有

氧化锌薄膜性能稳定性差,工艺复杂,重复性不理想等技术问题。

[0009] 本发明的再一目的在于提供本发明氧化锌量子点材料和氧化锌量子点薄膜的应用方法,以解决现有氧化锌发光材料或氧化锌量子点薄膜由于稳定性不理想、制备成本高等因素制约了其应用的技术问题。

[0010] 为了实现上述发明目的,本发明一方面,提供了一种氧化锌量子点材料。在所述氧化锌量子点材料的晶格处掺杂有氮。

[0011] 本发明另一方面,提供了一种氧化锌量子点薄膜。所述氧化锌量子点薄膜含有本发明氧化锌量子点材料。

[0012] 本发明再一方面,提供了一种氧化锌量子点材料的制备方法。所述氧化锌量子点材料制备方法包括如下步骤:

[0013] 在衬底上生长初始氧化锌量子点;

[0014] 将生长有所述初始氧化锌量子点的所述衬底在含有氢源和氮源气体的气氛中进行第一热处理,形成氧化锌量子点材料前驱体;

[0015] 将生长有所述氧化锌量子点材料前驱体的所述衬底在含氧气氛中进行第二热处理。

[0016] 同时,本发明还提供了一种氧化锌量子点薄膜的制备方法。所述氧化锌量子点薄膜制备方法包括如下步骤:

[0017] 在衬底上生长初始氧化锌量子点薄膜;

[0018] 将生长有所述初始氧化锌量子点薄膜的所述衬底在含有氢源和氮源气体的气氛中进行第一热处理,形成氧化锌量子点薄膜前驱体;

[0019] 将生长有所述氧化锌量子点薄膜前驱体的所述衬底在含氧气氛中进行第二热处理。

[0020] 本发明又一方面,提供了本发明氧化锌量子点材料和氧化锌量子点薄膜的应用方法。所述氧化锌量子点材料在电致发光器件、太阳能电池、探测器领域中的应用。

[0021] 本发明氧化锌量子点材料采用氮掺杂,这样,氮作为一活性受主掺杂在氧化锌的晶格处,从而使得氮的活性高,且稳定,另外,氮的掺杂量高,从而提高了所述氧化锌量子点材料光电性能和稳定性。

[0022] 本发明氧化锌量子点薄膜由于含有本发明氧化锌量子点材料,因此,所述氧化锌量子点薄膜光电性能高,稳定性好。

[0023] 本发明氧化锌量子点材料制备方法和氧化锌量子点薄膜制备方法均是采用含氢源和氮源的气体分别对氧化锌量子点和氧化锌量子点薄膜进行掺杂,实现对所述氧化锌量子点进行N和H的共掺杂,从而在氧化锌量子点中形成Zn-H-N的化学键,由于N-H共掺的形成能要低于单个N掺入的形成能,因此H的存在能够增加N的掺入量以及增强其在氧化锌中的稳定性。当进行第二热处理后,N-H键获得足够的能量断裂,由于H的活性要远远大于N的,因此N-H键断裂后N会继续留在晶格位置处,并作为一活性受主掺杂在氧化锌的晶格处,使得N的活性得以释放,提高了N的活性。另外,本发明制备方法工艺条件易控,工艺步骤少,有效简化了工艺步骤,可重复性高,降低了生产成本。

[0024] 正因为本发明氧化锌量子点材料和氧化锌量子点薄膜掺杂氮的活性和含量高,且稳定,其光电性能和稳定性高,且其制备方法重复性高,成本低等优点,因此,有效扩展了本

发明氧化锌量子点材料的应用领域，并提高了相应器件的光电性能。

具体实施方式

[0025] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白，以下结合实施例，对本发明进行进一步详细说明。应当理解，此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明，并不用于限定本发明。

[0026] 一方面，本发明实施例提供了一种氧化锌量子点材料。所述氧化锌量子点材料是在氧化锌量子点材料的晶格处掺杂有氮。这样，氮作为一活性受主掺杂在氧化锌的晶格处，从而使得氮的活性高，且稳定。具体地，所述氮是掺杂在氧化锌的氧晶格处。另外，经检测，所述氧化锌量子点材料所含的掺杂氮的含量高，如可以使得所述氮掺杂的摩尔含量高达0.6%-5%。此时，被氮掺杂的所述氧化锌量子点材料表现出明显的p型性质，也即是p型氧化锌量子点材料。因此，从而所述氧化锌量子点材料光电性能和稳定性。

[0027] 另外，发明人在研究中发现，当控制氮掺杂浓度降低时，如掺杂氮摩尔含量低于0.6%时，所获得的氧化锌量子点材料表现出弱的p型性质或者不显示其p型性质；当控制氮掺杂浓度升高时，如掺杂氮摩尔含量高于5%时，随着氮掺杂量的提高，所制备的氧化锌量子点材料结晶性会降低，会有其他副产物生成，影响氧化锌量子点材料的性质。

[0028] 基于上文所述的氧化锌量子点材料的基础上，本发明实施例还提供了一种氧化锌量子点薄膜。所述氧化锌量子点薄膜含有上文本发明实施例氧化锌量子点材料。这样所述氧化锌量子点薄膜基于上文本发明实施例氧化锌量子点材料的特性，所述氧化锌量子点薄膜光电性能高，稳定性好。

[0029] 当然，除了上述氧化锌量子点薄膜之外，还可以是其他形态的材料含有上文所述的氧化锌量子点材料，如氧化锌纳米线等，也即是在所述氧化锌纳米线中含有上文所述的氧化锌量子点材料。

[0030] 另一方面，本发明实施例还提供了上文所述氧化锌量子点材料的一种制备方法。所述制备方法包括如下步骤：

[0031] S01：在衬底上生长初始氧化锌量子点；

[0032] S02：将生长有所述初始氧化锌量子点的所述衬底在含有氢源和氮源气体的气氛中进行第一热处理，形成氧化锌量子点材料前驱体；

[0033] S03：将生长有所述氧化锌量子点材料前驱体的所述衬底在含氧气氛中进行第二热处理。

[0034] 其中，所述步骤S01中生长氧化锌量子点可以按照现有量子点进行制备，在一实施例中，在所述衬底上生长氧化锌量子点的方法如下：

[0035] 在所述衬底上沉积氧化锌缓冲层，对所述氧化锌缓冲层进行退火处理后，在所述氧化锌缓冲层外表上长初始氧化锌量子点。

[0036] 在所述生长氧化锌量子点的方法中，沉积氧化锌缓冲层的方法可以是常规制备氧化锌膜层的方法，如可以但不仅仅是采用CVD和PVD等方法成膜。具体的可以是采用CVD，且其成膜的条件为：射频功率控制在200-400瓦，所述衬底温度升高到200-400℃，氧气的流量为0.5-3sccm。应当理解的是，在采用如CVD和PVD等等方法成氧化锌缓冲膜层时，在沉积室内还装设有沉积氧化锌的靶材，如氧化锌靶材或者锌金属靶材。先在衬底上形成氧化锌缓

冲膜层,一是为了避免后续生长的氧化锌材料层与衬底之间的晶格失配,增强氧化锌材料层的结合强度;另一方面提高后续步骤中生长的氧化锌材料层的质量。基于所述氧化锌缓冲层的作用可知,在本发明实施例中,也可以直接在衬底上生长氧化锌材料层。另外,可以通过控制沉积的时间来控制所述氧化锌缓冲层的厚度范围,如控制所述氧化锌缓冲层的厚度为5-30nm。

[0037] 待沉积所述氧化锌缓冲层后,对其进行的退火处理可以是常规的氧化锌膜层退火处理。

[0038] 在所述氧化锌缓冲层外表上生长氧化锌量子点方法也可以是采用常规的氧化锌量子点的生长方法。具体的可以是采用CVD,且其成膜的条件为:射频功率控制在150-300瓦,所述衬底的温度为200-400℃,生长时间为20-100min,工作气体中混有氧气,且流量为0.5-3sccm,其中,所述工作气体的分压比为20%-50%。应当理解的是,在采用如CVD和PVD等方法生长氧化锌量子点时,在工作腔室室内还装设有生长氧化锌的靶材,如氧化锌靶材或者锌金属靶材。另外,步骤S01中的衬底可以是常用的沉积衬底,如ITO玻璃、蓝宝石、石英、硅或者氧化锌片等。优选地,对所述衬底表面进行了表面清洁处理,如在氧气环境中,将所述衬底温度升高到150-400摄氏度之间进行热处理,以获得清洁的表面。

[0039] 上述步骤S02中,当将步骤S01中生长有所述氧化锌量子点的所述衬底在含有氢源和氮源气体的气氛中进行热处理过程中,氢源和氮源对所述氧化锌量子点进行掺杂,从而在所述氧化锌量子点中产生较多的N-H键,其中,N一般会占据原本属于氧化锌中O的晶格位置,而H由于化学键的作用将会位于与N相邻的间隙位置处,进而与Zn形成Zn-H-N化学键。进一步地,由于N-H共掺的形成能要低于单个N掺入的形成能,因此H的存在有效增加了N的掺入量以及增强其在氧化锌量子点中的稳定性。并且,H占据了氧化锌量子点中的间隙位,这能有效的抑制间隙Zn原子的形成,从而迫使Zn处于晶格中析出。一实施例,所述第一热处理的温度位80-150℃,时间为5-20min。在低温下进行N、H,在有效保证在氧化锌量子点材料中产生较多的N-H键的同时,有效降低了热处理成本。在另一实施例中,所述氢源和氮源气体包括氮气与氢气的混合气体、氨气中的至少一种。这些掺杂气体,携带了丰富的N、H,有效在氧化锌量子点材料中产生较多的N-H键。

[0040] 上述步骤S03中,当将步骤S02中的生长所述氧化锌量子点材料前驱体在氧气中进行热处理过程中,所述氧化锌量子点材料前驱体也即是氧化锌量子点材料中生成的N-H键获得能量而发生断裂,由于H的活性要远远大于N的,因此断裂后N会继续留在晶格位置处,而H会在氧化锌量子点材料表面解析然后与通入的氧气反应,生成羟基,最终结合成H₂O,并返回到外界的环境中去。此时,由于N-H键的断裂,N的活性得以释放,其作为一种活性受主存在于O的晶格位置处,从而形成N掺杂的氧化锌量子点材料。因此,所述第二热处理的实施例中,热处理的温度应该是使得所述N-H键发生断裂的温度,如为400-600℃,热处理应该是充分,如为20-60min。另外,在第二热处理过程中,氧气应该是充分的,如控制氧气的流量为60-100sccm。

[0041] 同时,本发明实施例还提供了上文所述氧化锌量子点薄膜的制备方法。所述氧化锌量子点薄膜的制备方法包括如下步骤:

[0042] S04:在衬底上生长初始氧化锌量子点薄膜;

[0043] S05:将生长有所述初始氧化锌量子点薄膜的所述衬底在含有氢源和氮源气体的

气氛中进行第一热处理,形成氧化锌量子点薄膜前驱体;

[0044] S06:将生长有所述氧化锌量子点薄膜前驱体的所述衬底在含氧气氛中进行第二热处理。

[0045] 其中,所述步骤S04中生长氧化锌量子点薄膜可以按照现有量子点进行制备,在一实施例中,在所述衬底上生长初始氧化锌量子点薄膜的方法如下:

[0046] 在所述衬底上沉积氧化锌缓冲层,对所述氧化锌缓冲层进行退火处理后,在所述氧化锌缓冲层外表上生长初始氧化锌量子点薄膜。

[0047] 在所述生长氧化锌量子点薄膜的方法中,沉积氧化锌缓冲层的方法可以是常规制备氧化锌膜层的方法,如可以但不仅仅是采用CVD和PVD等方法成膜。具体的可以是采用CVD,且其成膜的条件为:射频功率控制在200-400瓦,所述衬底温度升高到200-400℃,氧气的流量为0.5-3sccm。应当理解的是,在采用如CVD和PVD等方法成氧化锌缓冲膜层时,在沉积室内还装设有沉积氧化锌的靶材,如氧化锌靶材或者锌金属靶材。先在衬底上形成氧化锌缓冲膜层,一是为了避免后续生长的氧化锌材料层与衬底之间的晶格失配,增强氧化锌材料层的结合强度;另一方面提高后续步骤中生长的氧化锌材料层的质量。基于所述氧化锌缓冲层的作用可知,在本发明实施例中,也可以直接在衬底上生长氧化锌材料层。另外,可以通过控制沉积的时间来控制所述氧化锌缓冲层的厚度范围,如控制所述氧化锌缓冲层的厚度为5-30nm。

[0048] 待沉积所述氧化锌缓冲层后,对其进行的退火处理可以是常规的氧化锌膜层退火处理。

[0049] 在所述氧化锌缓冲层外表上生长氧化锌量子点薄膜方法也可以是采用常规的氧化锌量子点薄膜的生长方法。具体的可以是采用CVD,且其成膜的条件为:射频功率控制在150-300瓦,所述衬底的温度为200-400℃,生长时间为20-100min,工作气体中混有氧气,且流量为0.5-3sccm,其中,所述工作气体的分压比为20%-50%。应当理解的是,在采用如CVD和PVD等方法生长氧化锌量子点时,在工作腔室室内还装设有生长氧化锌的靶材,如氧化锌靶材或者锌金属靶材。另外,通过控制生成所述氧化锌量子点薄膜的工艺条件,可以控制所述氧化锌量子点薄膜的厚度,如将所述氧化锌量子点薄膜的厚度控制在5-50nm。

[0050] 另外,步骤S04中的衬底如上文步骤S01中所述的,可以是常用的沉积衬底,如ITO玻璃、蓝宝石、石英、硅或者氧化锌片等。优选地,对所述衬底表面进行了表面清洁处理,如在氧气环境中,将所述衬底温度升高到150-400摄氏度之间进行热处理,以获得清洁的表面。

[0051] 上述步骤S05和上述步骤S06可以分别直接参照上文步骤S02和步骤S03中的工艺条件进行处理,也即是先在所述氧化锌量子点薄膜进行N、H掺杂,形成Zn-H-N化学键,然后进行N-H键断裂处理,从而实现在所述氧化锌量子点薄膜中掺杂N。

[0052] 因此,所述本发明氧化锌量子点材料和氧化锌量子点薄膜的制备方法先采用N和H掺杂氧化锌量子点材料和氧化锌量子点薄膜,后进行N-H热断裂处理,使得N能够大量的掺杂,提高了N的掺杂量。并N的活性得以释放,提高了N的活性。另外,本发明制备方法工艺条件易控,工艺步骤少,有效简化了工艺步骤,可重复性高,降低了生产成本。

[0053] 再一方面,在上文所述氧化锌量子点材料和氧化锌量子点薄膜及其制备方法的基础上,由于氧化锌量子点材料和氧化锌量子点薄膜中N掺杂含量和活性高,而且其制备方法

工艺易控可控,重复性好,成本低,因此,其光电性能优异,且稳定性好,有效扩展了所述氧化锌量子点材料和氧化锌量子点薄膜的应用领域,如所述氧化锌量子点材料和氧化锌量子点薄膜可以在电致发光器件、太阳能电池、探测器领域中的应用。

[0054] 在一实施例中,当所述氧化锌量子点材料在电致发光器件应用时,所述氧化锌量子点材料作为发光材料设置在所述电致发光器件所含的电致发光单元中,从而赋予所述电致发光器件的优异的光电特性。当所述氧化锌量子点薄膜用于在电致发光器件应用时,所述氧化锌量子点薄膜作为发光层,设置所述电致发光器件所含的电致发光单元中,从而赋予所述电致发光器件的优异的光电特性。

[0055] 现提供多个具体实施例对本发明进行进一步详细说明。

[0056] 实施例1

[0057] 本实施例提供了一种氧化锌量子点材料及其制备方法。所述氧化锌量子点材料为氮掺杂,具体地是在氧化锌量子点材料的氧晶格处掺杂有氮。

[0058] 所述氧化锌量子点材料制备方法包括如下步骤:

[0059] S11. 氧化锌量子点的制备:

[0060] 清洗干净的ITO玻璃衬底放入CVD的生长室,抽真空通氧气,将衬底温度升高到150℃进行热处理,以获得清洁的表面;然后将衬底温度控制在200℃生长5nm厚的氧化锌缓冲层,其中氧气的流量为0.5sccm,射频功率控制在200瓦,溅射完成后停止外延生长,从而在衬底上形成一层氧化锌缓冲层,并进行退火处理;然后

[0061] 在所述氧化锌缓冲层上,继续进行氧化锌量子点的制备:以氩气和氧气为工作气体,其中氩气的分压比为20%,衬底的温度控制在200摄氏度,生长时间为20min,其中气体的流量控制在0.5sccm,射频功率控制在150瓦,溅射完成后即生长氧化锌量子点。

[0062] S12. 氧化锌量子点中N、H共掺:

[0063] 将步骤S11制备的氧化锌量子点放入管式炉中,真空抽至5Pa,然后向腔体中通入过量的氨气,并将管式炉加热至80℃,反应时间控制在5min,即可在氧化锌量子点中形成Zn-H-N化学键。

[0064] S13. N-H化学键的断裂热处理:

[0065] 将步骤S12制备的含有Zn-H-N化学键的氧化锌量子点往腔体中通入定量的氧气,氧气的流量控制在60sccm,并将管式炉升温至400℃,保温20min,然后自然降温至室温即可获得所需的氧化锌量子点材料,待随炉冷却至室温取出即可。

[0066] 实施例2

[0067] 本实施例提供了一种氧化锌量子点材料及其制备方法。所述氧化锌量子点材料为氮掺杂,具体地是在氧化锌量子点材料的氧晶格处掺杂有氮。

[0068] 所述氧化锌量子点材料制备方法包括如下步骤:

[0069] S11. 氧化锌量子点的制备:

[0070] 清洗干净的ITO玻璃衬底放入CVD的生长室,抽真空通氧气,将衬底温度升高到400℃进行热处理,以获得清洁的表面;然后将衬底温度控制在400℃生长30nm厚的氧化锌缓冲层,其中氧气的流量为3sccm,射频功率控制在400瓦,溅射完成后停止外延生长,从而在衬底上形成一层氧化锌缓冲层,并进行退火处理;然后

[0071] 在所述氧化锌缓冲层上,继续进行氧化锌量子点的制备:以氩气和氧气为工作气

体,其中氩气的分压比为50%,衬底的温度控制在400摄氏度,生长时间为100min,其中气体的流量控制在3sccm,射频功率控制在300瓦,溅射完成后即生长氧化锌量子点。

[0072] S12. 氧化锌量子点中N、H共掺:

[0073] 将步骤S11制备的氧化锌量子点放入管式炉中,真空抽至8Pa,然后向腔体中通入过量的氨气,并将管式炉加热至150℃,反应时间控制在20min,即可在氧化锌量子点中形成Zn-H-N化学键。

[0074] S13.N-H化学键的断裂热处理:

[0075] 将步骤S12制备的含有Zn-H-N化学键的氧化锌量子点往腔体中通入定量的氧气,氧气的流量控制在100sccm,并将管式炉升温至600℃,保温60min,然后自然降温至室温即可获得所需的氧化锌量子点材料,待随炉冷却至室温取出即可。

[0076] 实施例3

[0077] 本实施例提供了一种氧化锌量子点材料及其制备方法。所述氧化锌量子点材料为氮掺杂氧化锌量子点材料。

[0078] 所述氧化锌量子点材料制备方法包括如下步骤:

[0079] S11. 氧化锌量子点的制备:

[0080] 清洗干净的ITO玻璃衬底放入CVD的生长室,抽真空通氧气,将衬底温度升高到300℃进行热处理,以获得清洁的表面;然后将衬底温度控制在300℃生长20nm厚的氧化锌缓冲层,其中氧气的流量为2sccm,射频功率控制在300瓦,溅射完成后停止外延生长,从而在衬底上形成一层氧化锌缓冲层,并进行退火处理;

[0081] 然后在所述氧化锌缓冲层上,继续进行氧化锌量子点的制备:以氩气和氧气为工作气体,其中氩气的分压比为35%,衬底的温度控制在300摄氏度,生长时间为60min,其中气体的流量控制在2sccm,射频功率控制在200瓦,溅射完成后即生长氧化锌量子点;

[0082] S12. 氧化锌量子点中N、H共掺:

[0083] 将步骤S11制备的氧化锌量子点放入管式炉中,真空抽至7Pa,然后向腔体中通入过量的氨气,并将管式炉加热至120℃,反应时间控制在10min,即可在氧化锌量子点中形成Zn-H-N化学键。

[0084] S13.N-H化学键的断裂热处理:

[0085] 将步骤S12制备的含有Zn-H-N化学键的氧化锌量子点往腔体中通入定量的氧气,氧气的流量控制在80sccm,并将管式炉升温至500℃,保温40min,然后自然降温至室温即可获得所需的氧化锌量子点材料,待随炉冷却至室温取出即可。

[0086] 实施例4

[0087] 本实施例提供了一种氧化锌量子点材料及其制备方法。所述氧化锌量子点材料为氮掺杂氧化锌量子点材料。

[0088] 所述氧化锌量子点材料制备方法包括如下步骤:

[0089] S11. 氧化锌量子点的制备:

[0090] 清洗干净的ITO玻璃衬底放入CVD的生长室,抽真空通氧气,将衬底温度升高到300℃进行热处理,以获得清洁的表面;然后将衬底温度控制在300℃生长20nm厚的氧化锌缓冲层,其中氧气的流量为2sccm,射频功率控制在300瓦,溅射完成后停止外延生长,从而在衬底上形成一层氧化锌缓冲层,并进行退火处理;

[0091] 然后在所述氧化锌缓冲层上,继续进行氧化锌量子点的制备:以氩气和氧气为工作气体,其中氩气的分压比为35%,衬底的温度控制在300摄氏度,生长时间为60min,其中气体的流量控制在2sccm,射频功率控制在200瓦,溅射完成后即生长氧化锌量子点;

[0092] S12. 氧化锌量子点中N、H共掺:

[0093] 将步骤S11制备的氧化锌量子点放入管式炉中,真空抽至7Pa,然后向腔体中通入过量的氮气与氢气的混合气体,并将管式炉加热至120℃,反应时间控制在10min,即可在氧化锌量子点中形成Zn-H-N化学键。

[0094] S13.N-H化学键的断裂热处理:

[0095] 将步骤S12制备的含有Zn-H-N化学键的氧化锌量子点往腔体中通入定量的氧气,氧气的流量控制在80sccm,并将管式炉升温至500℃,保温40min,然后自然降温至室温即可获得所需的氧化锌量子点材料,待随炉冷却至室温取出即可。

[0096] 实施例5

[0097] 本实施例提供了一种氧化锌量子点薄膜及其制备方法。所述氧化锌量子点薄膜为氮掺杂氧化锌量子点膜层,具体地是在氧化锌量子点的氧晶格处掺杂有氮。

[0098] 所述氧化锌量子点薄膜制备方法包括如下步骤:

[0099] S11. 氧化锌量子点薄膜的制备:

[0100] 清洗干净的ITO玻璃衬底放入CVD的生长室,抽真空通氧气,将衬底温度升高到150℃进行热处理,以获得清洁的表面;然后将衬底温度控制在200℃生长5nm厚的氧化锌缓冲层,其中氧气的流量为0.5sccm,射频功率控制在200瓦,溅射完成后停止外延生长,从而在衬底上形成一层氧化锌缓冲层,并进行退火处理;然后

[0101] 在所述氧化锌缓冲层上,继续进行氧化锌量子点薄膜的制备:以氩气和氧气为工作气体,其中氩气的分压比为20%,衬底的温度控制在200摄氏度,生长时间为20min,其中气体的流量控制在0.5sccm,射频功率控制在150瓦,溅射完成后即生长氧化锌量子点薄膜。

[0102] S12. 氧化锌量子点薄膜中N、H共掺:

[0103] 将步骤S11制备的氧化锌量子点薄膜放入管式炉中,真空抽至5Pa,然后向腔体中通入过量的氨气,并将管式炉加热至80℃,反应时间控制在5min,即可在氧化锌量子点薄膜中形成Zn-H-N化学键。

[0104] S13.N-H化学键的断裂热处理:

[0105] 将步骤S12制备的含有Zn-H-N化学键的氧化锌量子点薄膜往腔体中通入定量的氧气,氧气的流量控制在60sccm,并将管式炉升温至400℃,保温20min,然后自然降温至室温即可获得所需的氧化锌量子点薄膜,待随炉冷却至室温取出即可。

[0106] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换和改进等,均应包括在本发明的保护范围之内。

专利名称(译)	氧化锌量子点材料及其制备方法和应用		
公开(公告)号	CN110408385A	公开(公告)日	2019-11-05
申请号	CN201810394075.0	申请日	2018-04-27
[标]申请(专利权)人(译)	TCL集团股份有限公司		
申请(专利权)人(译)	TCL集团股份有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	TCL集团股份有限公司		
[标]发明人	杨一行		
发明人	黄盼宁 杨一行		
IPC分类号	C09K11/54 C01G9/02 B82Y40/00		
CPC分类号	B82Y40/00 C01G9/02 C09K11/54		
外部链接	Espacenet Sipo		

摘要(译)

本发明提供了一种氧化锌量子点材料其制备方法和应用。所述氧化锌量子点材料在其晶格处掺杂有氮。其制备方法包括氧化锌量子点薄膜的制备、氧化锌量子点薄膜中N、H共掺和N-H化学键的断裂热处理等步骤。本发明氧化锌量子点材料氮的掺杂量高，氮的活性高，且稳定，其制备方法工艺条件易控，工艺步骤少，有效简化了工艺步骤，可重复性高，降低了生产成本，从而使得其能够有效被用于电致发光器件、太阳能电池、探测器领域中。