



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102219552 B

(45) 授权公告日 2012. 12. 19

(21) 申请号 201010150564. 5

(22) 申请日 2010. 04. 19

(73) 专利权人 华东师范大学

地址 200062 上海市普陀区中山北路 3663 号

(72) 发明人 黄雁君 郁可 朱自强

(74) 专利代理机构 上海麦其知识产权代理事务
所(普通合伙) 31257

代理人 董红曼

(51) Int. Cl.

C04B 41/50 (2006. 01)

(56) 对比文件

李强. In₂O₃ 纳米材料的制备和表征及发光
特性研究. 《中国优秀硕士学位论文全文数据库
工程科技 I 辑》. 2009, (第 3 期), 第 12-21 页.

李强. In₂O₃ 纳米材料的制备和表征及发光

特性研究. 《中国优秀硕士学位论文全文数据库
工程科技 I 辑》. 2009, (第 3 期), 第 12-21 页.

审查员 胡昊明

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 3 页

(54) 发明名称

在硅片上复合 In₂O₃ 箭状纳米结构的半导体
材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种在硅片上复合 In₂O₃ 箭
状纳米结构的半导体材料及其制备方法, 其材料
包括衬底, 该衬底采用硅片, 其衬底表面生长有
In₂O₃ 晶体; 所述的 In₂O₃ 晶体长度为 5 ~ 15 μm, 顶
端为多面体结构, 底部为棒状结构, 棒状结构具有
四个面, 并从顶端到底端逐渐变细, 10 ~ 30 个箭
状纳米结构底部聚在一起形成一个花束状结构。
其制备方法是 In 颗粒作为原料, 利用热蒸发方
法生长得到 In₂O₃ 箭状纳米结构。本发明具有大面
积生长, 成本低, 重复性高等优点, 可结合目前成
熟的半导体硅集成电路工艺, 适合于集成纳米光
电子器件的发展。

1. 一种在硅片上复合 In_2O_3 箭状纳米结构的半导体材料,其特征在于,包括硅片衬底,和生长在所述衬底表面的 In_2O_3 晶体,所述 In_2O_3 晶体为箭状纳米结构;其中,所述 In_2O_3 晶体长度为 $5 \sim 15 \mu\text{m}$,顶端为多面体结构,底部为棒状结构,棒状结构具有四个面,并从顶端到底端逐渐变细,10 ~ 30 个箭状纳米结构底部聚在一起形成一个花束状结构。

2. 制备如权利要求 1 所述半导体材料的方法,其特征在于,包括如下步骤:

a、将 In 颗粒作为源放到石英舟里,把清洗后的硅片盖在石英舟的上面,硅片与源的垂直距离为 $4 \sim 10\text{mm}$;其中,所述 In 颗粒的纯度为 99.999%;

b、把石英舟放到预先加热至 $700 \sim 1000^\circ\text{C}$ 的水平放置的管式生长炉的中部;

c、以 $0.2 \sim 0.6\text{L/min}$ 的流量通入惰性气体 Ar 作为载气,在大气压强下反应 $120 \sim 360\text{min}$,得到产物。

3. 根据权利要求 2 所述的方法,其特征在于,所述水平放置的管式生长炉是由两根半径不同的管组成的,大的氧化铝管长度为 $70 \sim 100\text{cm}$,直径为 $6 \sim 10\text{cm}$;小的石英管长度为 $50 \sim 80\text{cm}$,直径为 $3 \sim 5\text{cm}$ 。

在硅片上复合 In_2O_3 箭状纳米结构的半导体材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及光电子材料、半导体材料与器件技术领域,具体地说,本发明涉及在硅片上复合 In_2O_3 箭状纳米结构的半导体材料及其制备方法。

背景技术

[0002] In_2O_3 是一种宽带隙透明半导体材料,其直接带隙在 $3.55 \sim 3.75\text{eV}$ 范围内,具有良好的导电性和较高的透光率。由于其独特的电学、化学和光学性质, In_2O_3 在化学、生物传感、太阳能电池、光催化、执行器、光电子和平板显示等领域具有广泛的应用空间。

[0003] 近来,人们利用各种方法(溶液法,分子束外延,脉冲激光沉积,金属有机物化学气相沉积等)制备出了各种不同的 In_2O_3 纳米结构,例如纳米线,纳米带,纳米方块,八面体,纳米箭等,并对这些纳米结构的光电特性进行了研究。但是能应用于大规模生产的方法很少,且反应条件苛刻,生产成本高昂。本发明所提供的 In_2O_3 箭状纳米结构及其制备方法,克服现有技术的缺陷,实现了在硅片上制备大规模的 In_2O_3 纳米结构,且方法简单,对设备及制备条件要求不高,适合大规模生产。 In_2O_3 箭状纳米结构具有纳米级的尖端,底部是棒状结构,其独特的构造,使得它可用于高效的场发射材料,且可用于制作各种精密仪器的探头;也可结合目前成熟的半导体硅集成电路工艺,适合于集成纳米光电子器件的发展。

发明内容

[0004] 本发明的目的之一在于提供一种在硅片上复合 In_2O_3 箭状纳米结构的半导体材料,包括硅片衬底,和生长在所述衬底表面的 In_2O_3 晶体。其中,所述 In_2O_3 晶体为箭状纳米结构。

[0005] 本发明提供的在硅片上复合 In_2O_3 箭状纳米结构的半导体材料,这种纳米结构具有很明显的周期性,所述的 In_2O_3 晶体长度为 $5 \sim 15 \mu\text{m}$,顶端为多面体结构,底部为棒状结构,棒状结构具有四个面,并从顶端到底端逐渐变细, $10 \sim 30$ 个箭状纳米结构底部聚在一起形成一个花束状结构。本发明提供的所述 In_2O_3 箭状纳米结构,在国际上尚属首次报道。

[0006] 本发明的第二个目的在于提供在硅片上复合 In_2O_3 箭状纳米结构的半导体材料的制备方法,以解决现有 In_2O_3 纳米材料制备方法条件苛刻,成本高的问题,提供一种低成本,高重复性,适用于大规模工业生产的新方法。

[0007] 制备在硅片上复合 In_2O_3 箭状纳米结构的半导体材料的方法,包括如下步骤:

[0008] a、将 In 颗粒作为源放到石英舟里,把清洗后的硅片盖在石英舟的上面,硅片与源的垂直距离为 $4 \sim 10\text{mm}$;

[0009] b、把石英舟放到预先加热至 $700 \sim 1000^\circ\text{C}$ 的水平放置的管式生长炉的中部;

[0010] c、通入惰性气体 Ar 作为载气,在大气压强下反应,得到产物。

[0011] 其中,所述步骤 a 中所述 In 颗粒的纯度为 99.999% 。

[0012] 其中,所述步骤 c 中所述通入的惰性气体 Ar 的流量为 $0.2 \sim 0.6\text{L/min}$;所述在大

气压强下的反应时间为 120 ~ 360min。

[0013] 其中,所述水平放置的管式生长炉是由两根半径不同的管组成的,大的氧化铝管长度为 70 ~ 100cm,直径为 6 ~ 10cm;小的石英管长度为 50 ~ 80cm,直径为 3 ~ 5cm。反应时,把小口径的管子插入大口径管子中,反应在小管中进行,并且载气是直接通入到小口径管子中。

[0014] 制备在硅片上复合 In_2O_3 箭状纳米结构的半导体材料的方法,具体步骤包括如下:

[0015] a、把硅片清洗干净,然后切成几小片;

[0016] b、将水平放置的管式生长炉以 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率加热到 $700 \sim 1000^\circ\text{C}$;

[0017] c、将纯度 99.999% 的 In 颗粒作为源放到一个石英舟里,把一小片干净的硅片盖在石英舟的上面,作为衬底来收集反应生成物,硅片与源的垂直距离为 4 ~ 10mm;

[0018] d、把石英舟放到预先加热好的水平管式炉的中部;

[0019] e、通入流量为 $0.2 \sim 0.6\text{L}/\text{min}$ 的惰性气体 Ar 作为载气,在大气压强下反应 120 ~ 360min;

[0020] f、取出石英舟和硅片,在硅片上面长有一层淡黄色的物质。

[0021] 本发明通过改变对热蒸发过程中一些参量,如气体流量,反应温度,硅片与源之间距离的控制,合成了 In_2O_3 箭状纳米结构。相对于以前合成的纳米结构,本发明的突出特点是:(1) 所放硅片衬底位置不同。许多合成方法都把硅衬底放在气流的下流,与源在同一水平位置,而本发明则把硅片直接放在与源的垂直方向上的某一位置;(2) 压力只需要是常压,降低了对设备的要求;(3) 不需要引入任何催化剂;(4) 对载气的要求不高,只需要 Ar 就可以,不需要加 O_2 等另外的气体;(5) 方法简单,成本低,重复性好,而且是大面积的生长。且本发明采用硅片作为衬底,将 In_2O_3 箭状纳米结构生长在硅衬底上,可结合目前成熟的半导体硅集成电路工艺,适合于集成纳米光电子器件的发展。

附图说明

[0022] 图 1 是箭状纳米结构的 X 射线衍射图

[0023] 图 1 显示所有的峰都是 In_2O_3 的峰,没有任何杂质峰存在。

[0024] 图 2 是大量箭状纳米结构的 SEM 图

[0025] 图 2 显示 In_2O_3 晶体长度为 $5 \sim 15\mu\text{m}$, 10 ~ 30 个箭状纳米结构底部聚在一起形成一个花束状结构。

[0026] 图 3 是箭状纳米结构的放大倍数的 SEM 图

[0027] 图 3 显示 In_2O_3 晶体顶端为多面体结构,底部为棒状结构,棒状结构具有四个面,并从顶端到底端逐渐变细。

具体实施方式

[0028] 实施例 1

[0029] 制备在硅片上复合 In_2O_3 箭状纳米结构的半导体材料,具体步骤如下:

[0030] a、把硅片清洗干净,然后切成几小片;

[0031] b、将水平放置的管式生长炉以 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率加热到 700°C ;

[0032] c、将 In 颗粒(纯度:99.999%)作为源放到一个石英舟里,把一小片干净的硅片

盖在石英舟的上面,作为衬底来收集反应生成物,硅片与源的垂直距离为 7mm;

[0033] d、把石英舟放到预先加热好的水平管式炉的中部;

[0034] e、通入流量为 0.4L/min 的惰性气体 Ar 作为载气,在大气压强下反应 240min;

[0035] f、取出石英舟和硅片,在硅片上面长有一层淡黄色的物质,即制得所需材料。

[0036] 检测所制得的材料,检测结果如图 1、2、3 所示。图 1 显示所有的峰都是 In_2O_3 的峰,没有任何杂质峰存在。图 2 显示 In_2O_3 晶体长度为 $5 \sim 15 \mu\text{m}$, 10 ~ 30 个箭状纳米结构底部聚在一起形成一个花束状结构。图 3 显示 In_2O_3 晶体顶端为多面体结构,底部为棒状结构,棒状结构具有四个面,并从顶端到底端逐渐变细。

[0037] 实施例 2

[0038] 制备在硅片上复合 In_2O_3 箭状纳米结构的半导体材料,具体步骤如下:

[0039] a、把硅片清洗干净,然后切成几小片;

[0040] b、将水平放置的管式生长炉以 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率加热到 1000°C ;

[0041] c、将 In 颗粒(纯度:99.999%)作为源放到一个石英舟里,把一小片干净的硅片盖在石英舟的上面,作为衬底来收集反应生成物,硅片与源的垂直距离为 8mm;

[0042] d、把石英舟放到预先加热好的水平管式炉的中部;

[0043] e、通入流量为 0.6L/min 的惰性气体 Ar 作为载气,在大气压强下反应 180min;

[0044] f、取出石英舟和硅片,在硅片上面长有一层淡黄色的物质,即制得所需材料。

[0045] 检测所制得的材料,检测结果如图 1、2、3 所示。图 1 显示所有的峰都是 In_2O_3 的峰,没有任何杂质峰存在。图 2 显示 In_2O_3 晶体长度为 $5 \sim 15 \mu\text{m}$, 10 ~ 30 个箭状纳米结构底部聚在一起形成一个花束状结构。图 3 显示 In_2O_3 晶体顶端为多面体结构,底部为棒状结构,棒状结构具有四个面,并从顶端到底端逐渐变细。

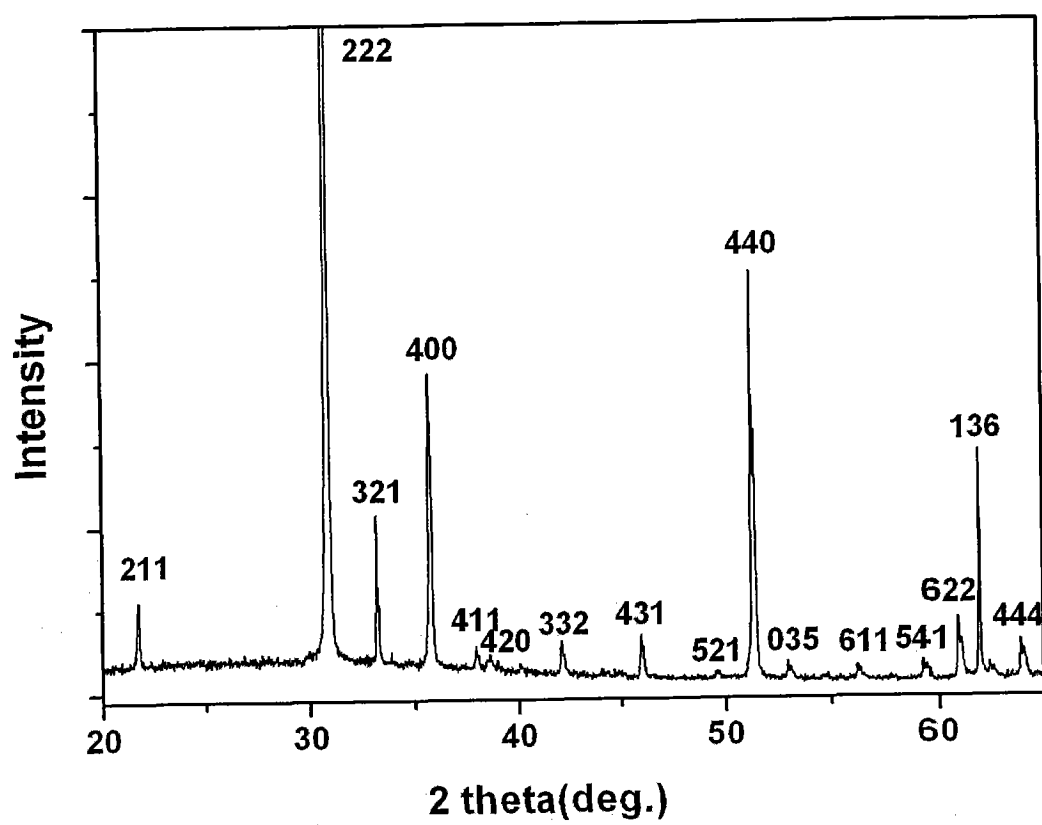


图 1

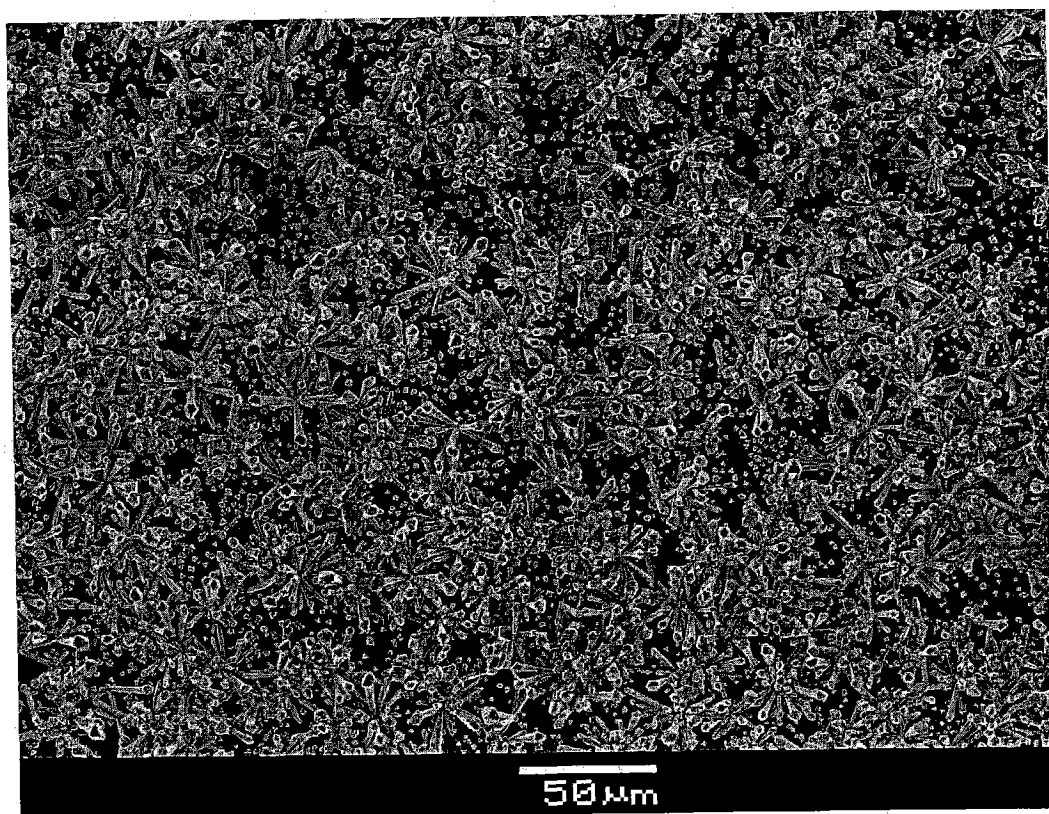


图 2

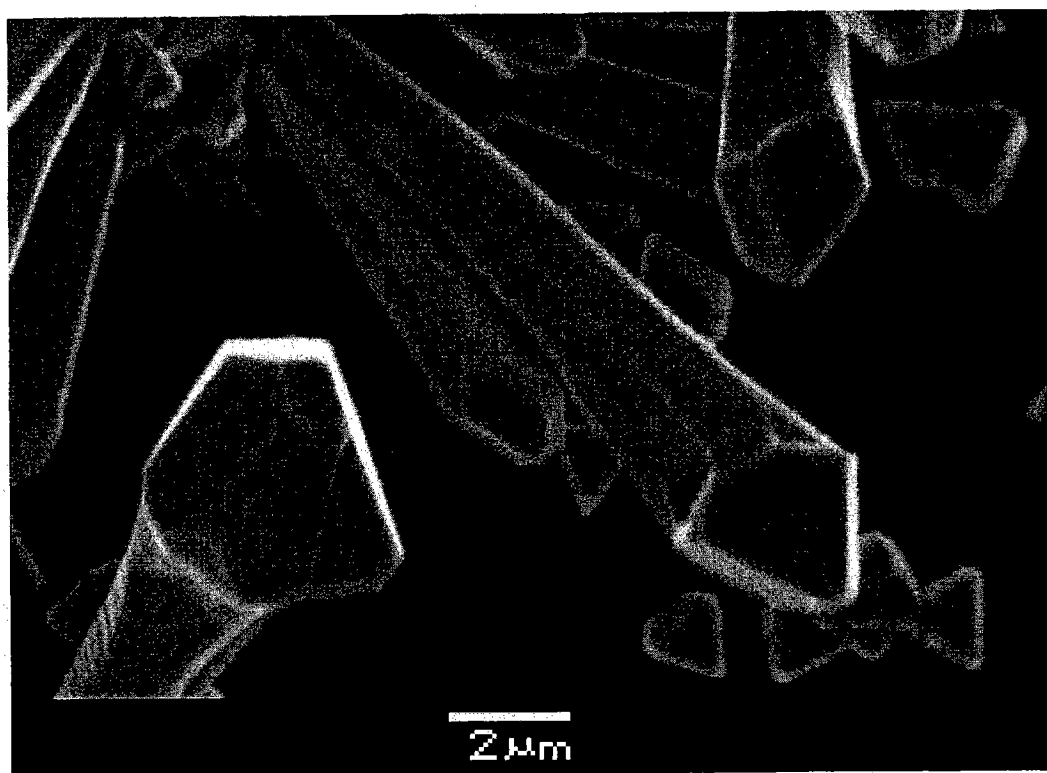


图 3