(19)日本国特許庁(JP)　(12)公表特許公報(A)　(11)公表番号
特表2024-546067
(P2024-546067A)
(43)公表日　令和6年12月17日(2024.12.17)

(51)国際特許分類			FI		テーマコード（参考）
Ｃ３０Ｂ	*29/46*	*(2006.01)*	Ｃ３０Ｂ	29/46	４Ｇ０７７
Ｃ３０Ｂ	*33/02*	*(2006.01)*	Ｃ３０Ｂ	33/02	
Ｃ３０Ｂ	*19/08*	*(2006.01)*	Ｃ３０Ｂ	19/08	
Ｃ３０Ｂ	*31/06*	*(2006.01)*	Ｃ３０Ｂ	31/06	

審査請求　未請求　予備審査請求　未請求　（全21頁）

(21)出願番号　特願2024-530452(P2024-530452)
(86)(22)出願日　令和4年11月17日(2022.11.17)
(85)翻訳文提出日　令和6年5月22日(2024.5.22)
(86)国際出願番号　PCT/US2022/050328
(87)国際公開番号　WO2023/096823
(87)国際公開日　令和5年6月1日(2023.6.1)
(31)優先権主張番号　63/282,389
(32)優先日　令和3年11月23日(2021.11.23)
(33)優先権主張国・地域又は機関
米国(US)
(31)優先権主張番号　17/988,326
(32)優先日　令和4年11月16日(2022.11.16)
(33)優先権主張国・地域又は機関
米国(US)
(81)指定国・地域　AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA
最終頁に続く

(71)出願人　591203428
イリノイ トゥール ワークス インコーポレイティド
アメリカ合衆国，イリノイ ６００２５，グレンビュー，ハーレム アベニュ １５５
(74)代理人　100099759
弁理士　青木 篤
(74)代理人　100123582
弁理士　三橋 真二
(74)代理人　100153729
弁理士　森本 有一
(74)代理人　100211177
弁理士　赤木 啓二
(72)発明者　リチャード エス．キム
最終頁に続く

(54)【発明の名称】　フォトニクス用途の化学浴堆積（ＣＢＤ）を用いることによるＰｂＳｅナノ構造の製造

(57)【要約】
均質で単結晶の導電性の狭バンドギャップＰｂＳｅナノ構造用の方法及びシステムが提供され、該方法及びシステムは、例えば石英基板上への化学浴堆積を使用して合成され、ナノ構造のサイズ及び／又は形状を選択する調整可能なヨウ素ドーピングプロセスを含む。単結晶ＰｂＳｅナノ構造は、単離プロセス（例えば、エッチングプロセス）後に露出させることができ、（例えば、石英基板上の）複数のＰｂＳｅナノ構造にわたるヨウ素の濃度及び／又は分布は、熱処理を含む後処理ステップ中に調整することができる。
【選択図】図１

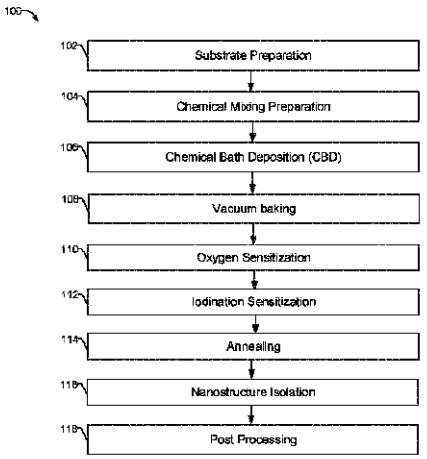


FIG. 1

【特許請求の範囲】
【請求項１】
単結晶セレン化鉛（ＰｂＳｅ）ナノ構造を形成する方法であって、
基板を調製することと、
化学鉛及びセレン前駆体を調製することと、
化学浴堆積（ＣＢＤ）プロセスを介して前記前駆体を前記基板に堆積させて、ＰｂＳｅ合金を含む薄膜を得ることと、
１００℃を超える温度で前記薄膜を真空焼成して残留溶媒を除去することと、
前記薄膜を酸素化ガスにさらして再結晶化を誘発し、酸化物パッシベーション層を作製することと、
前記薄膜を所定の濃度のヨウ素を含む蒸気で所定の時間ドーピングすることと、
化学エッチング液又は電気化学エッチングプロセスを使用するナノ構造単離技術を前記薄膜に適用して、前記酸化物パッシベーション層及び多結晶ＰｂＳｅの下にある単結晶ＰｂＳｅナノ構造を露出させることと、
前記露出した単結晶ＰｂＳｅを有する前記薄膜を後処理して、ヨウ素を前記ＰｂＳｅナノ構造に再分布させることと、
を含む、方法。
【請求項２】
前記堆積させることは、
ヨウ素を実質的に含まない多結晶ＰｂＳｅ酸化物の形態を含む第１の露出層と、
ヨウ素を含む前記単結晶ＰｂＳｅナノ構造を含む第２の下地層と、
を含む２層のＰｂＳｅ結晶層をもたらし、
前記単結晶ＰｂＳｅ中のヨウ素の量が、前記ドーピング中の時間又は温度のうちの１つ以上によって制御される、請求項１に記載の方法。
【請求項３】
前記堆積させることは、
前記ＣＢＤプロセス中に、前記前駆体を第１の時間堆積させて前記第１の層を生成することと、
前記ＣＢＤプロセス中に、前記前駆体及び所定量のヨウ素を有するキャリア溶液を第２の時間堆積させて前記第２の層を生成することと、
を含む、請求項２に記載の方法。
【請求項４】
前記第１の時間又は第２の時間中に前記堆積用の時間を変化させることを更に含み、前記時間の変化は、前記単結晶ＰｂＳｅ薄膜の厚さ又は形態の変化に対応する、請求項３に記載の方法。
【請求項５】
前記ナノ構造単離技術を適用する前にアニーリングすることを更に含む、請求項１に記載の方法。
【請求項６】
前記第１の時間又は前記第２の時間は、約３０分である、請求項１に記載の方法。
【請求項７】
前記第１の時間又は前記第２の時間は、必要とされる仕様に応じて変更することができる、請求項１に記載の方法。
【請求項８】
前記酸素化ガスは、酸素及び窒素の混合物を含む、請求項１に記載の方法。
【請求項９】
ＰｂＳｅナノ構造の結晶化を制御するために閾値温度を調整することを更に含み、前記閾値温度は、前記ＰｂＳｅナノ構造のサイズ又は形状に対応する、請求項１に記載の方法。
【請求項１０】

前記ＰｂＳｅナノ構造は、ＰｂＳｅナノプリズム、ＰｂＳｅナノプレート、ＰｂＳｅナノリボン、又はＰｂＳｅナノディスクのうちの１つ以上を含む、請求項１に記載の方法。
【請求項１１】
前記ＰｂＳｅナノ構造は、前記酸化物層の下に、製造パラメーターに基づいて制御することができる種々の異なるサイズで形成される、請求項１に記載の方法。
【請求項１２】
前記所定の温度は、約４２０℃に対応し、前記ナノ構造の略矩形形状をもたらす、請求項１に記載の方法。
【請求項１３】
基板が、１つ以上の粗面を有する石英基板を含む、請求項１に記載の方法。
【請求項１４】
前記ヨウ素をドーピングすることは、キャリアとして窒素ガスを用いて炉内にヨウ素蒸気を導入することを更に含む、請求項１に記載の方法。
【請求項１５】
前記後処理の温度又は時間のうちの一方を調整することによって後処理して、前記ＰｂＳｅナノ構造のサイズ及びヨウ素濃度の再分布を制御することを更に含む、請求項１に記載の方法。
【請求項１６】
冷却プロセスの速度、時間、又は温度を制御して、前記ＰｂＳｅナノ構造の前記形状を制御することを更に含む、請求項１に記載の方法。
【請求項１７】
所定の時間又は温度でＰｂＳｅマトリックス全体にドーパントを均一又は均質に分布させることを含む１つ以上の追加のアニーリング手順を更に含む、請求項１に記載の方法。
【請求項１８】
前記多結晶ＰｂＳｅ材料の前記エッチングは、フッ化水素（ＨＦ）溶液又はＮａＯＨ：ＩＰＡ：ＤＩ水を使用する、請求項１に記載の方法。
【請求項１９】
多結晶結晶成長は、２つの一般的な堆積メカニズム、すなわち、イオンバイイオン成長、又は水酸化物クラスター成長のうちの一方によって生じさせることができる、請求項１に記載の方法。
【請求項２０】
光導電性薄膜であって、
基板と、
前記基板上に配置された複数の単結晶セレン化鉛（ＰｂＳｅ）ナノ粒子と、
を含み、前記ナノ粒子は、閾値量のヨウ素ドーパントを含有する、
光導電性薄膜。
【請求項２１】
前記薄膜は、前記薄膜に衝突する電磁放射線によって引き起こされる光励起又は熱励起によって変化する電気特性を有する、請求項２０に記載の光導電性薄膜。
【請求項２２】
前記薄膜と電気的に通信する回路を更に含む、請求項２０に記載の光導電性薄膜。
【請求項２３】
前記回路は、前記薄膜に衝突する前記電磁放射線によって引き起こされる光励起又は熱励起に応答して、前記薄膜の前記電気特性の変化を測定するように構成される、請求項２２に記載の光導電性薄膜。
【請求項２４】
前記電磁放射線は、赤外放射線を含む、請求項２０に記載の光導電性薄膜。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】

［関連出願］
本出願は、２０２１年１１月２３日に出願された「Fabrication Of PbSe Nanostructures By Employing Chemical Bath Deposition (CBD) For Photonics Applications」と題する米国仮特許出願第６３／２８２，３８９号の利益及び優先権を主張する。同第６３／２８２，３８９号の全主題及び内容は、引用することによりその全体が本明細書の一部をなす。
【背景技術】
【０００２】
数多くの用途で、検出器として感光性材料が使用されている。しかし、従来の技術では、製造コストが高く複雑であり、吸収範囲が狭い場合がある。そのため、より低コストで複雑でないプロセスで製造され、感度が向上した感光性材料が望まれている。
【０００３】
このようなシステムを、図面を参照して本出願の残りの部分で述べられる本開示と比較することによって、従来の手法及び伝統的な手法の更なる限界及び不利な点が当業者に明らかになるであろう。
【発明の概要】
【０００４】
例えば石英基板上への化学浴堆積を使用して合成される、均質で単結晶の導電性の狭バンドギャップＰｂＳｅナノ構造用のシステム及び／又は方法が提供され、該システム及び／又は方法は、ナノ構造のサイズ及び／又は形状を選択する調整可能なヨウ素ドーピングプロセスを含む。単結晶ＰｂＳｅナノ構造は、エッチングプロセス後に露出させることができ、（例えば、石英基板上の）複数のＰｂＳｅナノ構造にわたるヨウ素の濃度及び／又は分布は、熱処理を含む後処理ステップ中に調整することができる。
【０００５】
本開示のこれら及び様々な他の利点、態様及び新規の特徴、並びにそれらの図示される実施形態の詳細は、以下の説明及び図面からより十分に理解されるであろう。
【図面の簡単な説明】
【０００６】
【図１】本開示の例示的な実施形態による、単結晶セレン化鉛（ＰｂＳｅ）ナノ構造を処理する例示的な方法を示す図である。
【０００７】
【図２Ａ】本開示の態様によるＰｂＳｅナノ構造の画像である。
【０００８】
【図２Ｂ】本開示の態様による、ＰｂＳｅ材料の複数の可能なナノ構造角度又は結晶学的配向を有するマトリックスを示す図である。
【０００９】
【図３Ａ】本開示の態様による、開示される方法によって作製されたＰｂＳｅナノ構造の画像である。
【００１０】
【図３Ｂ】本開示の態様による、図３ＡのＰｂＳｅナノ構造の詳細な画像である。
【００１１】
【図４】本開示の態様による、ＰｂＳｅナノ構造におけるキャリア濃度レベルを提供するグラフである。
【００１２】
【図５Ａ】本開示の態様による、ＰｂＳｅナノ構造のフォトルミネセンス測定レベルを提供するグラフである。
【図５Ｂ】本開示の態様による、ＰｂＳｅナノ構造のフォトルミネセンス測定レベルを提供するグラフである。
【発明を実施するための形態】
【００１３】

図は必ずしも縮尺通りではない。必要に応じて、類似又は同一の参照符号が、類似又は同一の構成要素を指すために使用される。

【００１４】

いくつかの例では、ＰｂＳｅナノ構造は、基板調製、化学的調製及び溶媒との混合、化学堆積（例えば、化学浴堆積による）、真空焼成、薄膜酸化、薄膜ヨウ素化、アニーリング、ナノ構造単離（例えば、酸化物を除去する化学的及び／又は電気化学エッチング及び分離プロセス）、及び／又は後処理のうちの１つ以上からなる単結晶ＰｂＳｅナノ構造を処理する方法によって作製される。

【００１５】

本開示では、均質で単結晶の導電性の狭バンドギャップＰｂＳｅナノ構造が、例えば石英基板上への化学浴堆積を使用して合成され、本方法は、ナノ構造のサイズ及び／又は形状を選択する調整可能なヨウ素ドーピングプロセスを含む。単結晶ＰｂＳｅナノ構造は、ナノ構造単離プロセス（例えば、エッチングプロセス）後に露出させることができ、（例えば、石英基板上の）複数のＰｂＳｅナノ構造にわたるヨウ素の濃度及び／又は分布は、熱処理を含む後処理ステップ中に調整することができる。

【００１６】

開示される例では、ヨウ素ドーピングされたＰｂＳｅナノ構造が薄膜試料に適用され、これは、化学浴堆積、並びに酸素増感、ヨウ素化、及び１つ以上の後処理（例えば、熱処理及び／又は焼成）を含む技術を使用して合成される。開示されるＰｂＳｅナノ構造は、このようなナノ構造を作製する方法、ナノ構造を含む薄膜、及びこのようなナノ構造を使用する用途を含めて、ＰｂＳｅナノ構造のサイズ、形状、配向、及び／又は層厚とセンサ自体の感度との間の相関を示す。例えば、ヨウ素ドーピングＰｂＳｅ単結晶ナノ構造は、化学浴堆積、酸素増感、ヨウ素増感、ポストアニーリング、及び／又はエッチングプロセスのうちの１つ以上を含む、一連の表面処理後に作成される。得られた単結晶ＰｂＳｅは、石英基板上の薄膜として提供され、例えば、ヨウ素濃度を高めて分布させることで、増強された感度及びより広い吸収特性を提供する。

【００１７】

本明細書で使用される場合、「ナノ」という用語は、ナノメートル（ｎｍ）スケールの測定値を指し、ナノスケールで測定される構造、粒子、距離、波長等を説明するために使用することができる。

【００１８】

本明細書で利用される場合、「及び／又は」は、「及び／又は」によって結合されるリスト内の項目のうちの任意の１つ以上を意味する。例えば、「ｘ及び／又はｙ」は、３つの要素の集合｛（ｘ），（ｙ），（ｘ，ｙ）｝の任意の要素を意味する。同様に、「ｘ、ｙ、及び／又はｚ」は、７つの要素の集合｛（ｘ），（ｙ），（ｚ），（ｘ，ｙ），（ｘ，ｚ），（ｙ，ｚ），（ｘ，ｙ，ｚ）｝の任意の要素を意味する。本明細書で利用される場合、「モジュール」という用語は、ハードウェア、ソフトウェア、ファームウェア、又はそれらの１つ以上の任意の組み合わせで実装され得る機能を指す。本明細書で利用される場合、「例」又は「例示的」という用語は、非限定的な例、事例、又は例示として機能することを意味する。

【００１９】

開示される例では、単結晶セレン化鉛（ＰｂＳｅ）ナノ構造を形成する方法が提供される。本方法は、基板を調製することと、化学鉛及びセレン前駆体を調製することと、化学浴堆積（ＣＢＤ）プロセスを介して前駆体を基板に堆積させて、ＰｂＳｅ合金を含む薄膜を得ることと、１００℃を超えるｃｘｃｘｘ　ｃｃＦＦ４３　ｘＦＦ５８ｖ温度で薄膜を真空焼成して残留溶媒を除去することと、薄膜を酸素化ガスにさらして再結晶化を誘発し、酸化物パッシベーション層を作製することと、薄膜を所定の濃度のヨウ素を含む蒸気で所定の時間ドーピングすることと、化学エッチング液（及び／又は電気化学エッチングプロセス）を使用するナノ構造単離技術を薄膜に適用して、酸化物パッシベーション層及び多結晶ＰｂＳｅの下にある単結晶ＰｂＳｅナノ構造を露出させることと、露出した単結晶ＰｂＳ

ｅを有する薄膜を後処理して、ヨウ素をＰｂＳｅナノ構造に再分布させることとを含む。

【００２０】

いくつかの例では、堆積させることは、ヨウ素を実質的に含まない多結晶ＰｂＳｅ酸化物の形態を含む第１の露出層と、ヨウ素を含む単結晶ＰｂＳｅナノ構造を含む第２の下地層とを含む２層のＰｂＳｅ結晶層をもたらし、単結晶ＰｂＳｅ中のヨウ素の量が、ドーピング中の時間又は温度のうちの１つ以上によって制御される。

【００２１】

例では、堆積させることは、ＣＢＤプロセス中に、前駆体を第１の時間堆積させて第１の層を生成することと、ＣＢＤプロセス中に、前駆体及び所定量のヨウ素を有するキャリア溶液を第２の時間堆積させて第２の層を生成することとを含む。

【００２２】

いくつかの例では、本方法は、第１の時間又は第２の時間中に堆積用の時間を変化させることを更に含み、時間の変化は、単結晶ＰｂＳｅ薄膜の厚さ又は形態の変化に対応する。

【００２３】

いくつかの例では、本方法は、エッチングの前にアニーリングすることを更に含む。

【００２４】

いくつかの例では、第１の時間又は第２の時間は、約３０分である。

【００２５】

いくつかの例では、第１の時間又は第２の時間は、必要とされる仕様に応じて変更することができる。

【００２６】

いくつかの例では、酸素化ガスは、酸素及び窒素の混合物を含む。

【００２７】

いくつかの例では、本方法は、ＰｂＳｅナノ構造の結晶化を制御するために閾値温度を調整することを更に含み、閾値温度は、ＰｂＳｅナノ構造のサイズ又は形状に対応する。

【００２８】

いくつかの例では、ＰｂＳｅナノ構造は、ＰｂＳｅナノプリズム、ＰｂＳｅナノプレート、ＰｂＳｅナノリボン、又はＰｂＳｅナノディスクのうちの１つ以上を含む。

【００２９】

いくつかの例では、ＰｂＳｅナノ構造は、酸化物層の下に、製造パラメーターに基づいて制御することができる種々の異なるサイズで形成される。

【００３０】

いくつかの例では、所定の温度は、約４２０℃に対応し、ナノ構造の略矩形形状をもたらす。

【００３１】

いくつかの例では、基板は、１つ以上の粗面を有する石英基板を含む。

【００３２】

いくつかの例では、ヨウ素をドーピングすることは、キャリアとして窒素ガスを用いて炉内にヨウ素蒸気を導入することを更に含む。

【００３３】

いくつかの例では、本方法は、後焼成の温度又は時間のうちの一方を調整することによって後処理して、ＰｂＳｅナノ構造のサイズ及びヨウ素濃度の再分布を制御することを更に含む。

【００３４】

いくつかの例では、本方法は、冷却プロセスの速度、時間、又は温度を制御して、ＰｂＳｅナノ構造の形状を制御することを更に含む。

【００３５】

いくつかの例では、本方法は、所定の時間又は温度でＰｂＳｅマトリックス全体にドーパントを均一又は均質に分布させることを含む１つ以上の追加のアニーリング手順を更に

含む。
【００３６】
いくつかの例では、多結晶ＰｂＳｅ材料のエッチングは、フッ化水素（ＨＦ）溶液又はＮａＯＨ：ＩＰＡ：ＤＩ水を使用する。
【００３７】
いくつかの例では、多結晶結晶成長は、２つの一般的な堆積メカニズム、すなわち、イオンバイイオン成長（ion-by-ion growth）、又は水酸化物クラスター成長のうちの一方によって生じさせることができる。
【００３８】
開示されるいくつかの例では、光導電性薄膜は、基板と、基板上に配置された複数の単結晶セレン化鉛（ＰｂＳｅ）ナノ粒子とを含み、ナノ粒子は、閾値量のヨウ素ドーパントを含有する。
【００３９】
いくつかの例では、薄膜は、薄膜に衝突する電磁放射線によって引き起こされる光励起又は熱励起によって変化する電気特性を有する。
【００４０】
いくつかの例では、薄膜は、薄膜と電気的に通信する回路を有する。
【００４１】
いくつかの例では、回路は、薄膜に衝突する電磁放射線によって引き起こされる光励起又は熱励起に応答して、薄膜の電気特性の変化を測定するように構成される。
【００４２】
いくつかの例では、電磁放射線は、赤外放射線を含む。
【００４３】
本開示では、ナノレベルの厚さ及び平坦なコロイド合成セレン化鉛（ＰｂＳｅ）ナノ構造（例えば、ナノプリズム、ナノディスク、ナノロッド等）が、化学浴堆積プロセスを介して作成される。また、電磁エネルギー（例えば、赤外線及び／又は中赤外線（ｍｉｄ－ＩＲ）波長）の検出用の感光性ＰｂＳｅナノ構造を調製する方法も開示される。
【００４４】
開示される例では、開示される方法によって作製されるＰｂＳｅナノ粒子は、コレクタ及び／又は検出器として使用する感光性薄膜で採用され、種々の用途（例えば、赤外線検出器、直接センサ、プロセス制御、ガス分析、防御、及び／又は温度制御）で使用する低コストのナノサイズ単結晶薄膜を提供することができる。開示されたＰｂＳｅナノ粒子は、非限定的な例のリストとして、太陽電池、発光ダイオード、及び／又はレーザの製造を含む、他の用途、製品、及び／又は使用事例（例えば、検出を超えて）で使用することができる。
【００４５】
ＰｂＳｅは、イオン結合及び共有化学結合の両方を示す極性半導体であり、これらの結合を形成する核によって電子が不均等に共有される。しかし、得られたＰｂＳｅ結晶では、共有結合が支配的である。結晶性ＰｂＳｅは、面心立方格子構造を有し、約６．１２Åの格子定数を有することができる（ただし、所望の特性に依存して、より小さい場合があり、又は大きい場合がある）。いくつかの例では、格子構造は、室温でバルク材料に対して約０．２７ｅＶの直接エネルギーバンドギャップを有することができ、$3\times10^{16}cm^{-3}$の固有キャリア濃度を有することができる（ただし、所望の特性に応じて、より小さい又はより大きいバンドギャップ及び／又はキャリア濃度が提示される場合がある）。この狭いバンドギャップのために、この構造は、赤外線（ＩＲ）スペクトルの放射に対して感度が高い。このため、少なくとも部分的に、一部の鉛カルコゲニドは、ＩＲセンサ、フォトレジスタ、フォトダイオード、ＩＲレーザ、及び／又は熱電発電デバイスを含む、多種多様な用途において採用されている。例えば、ＰｂＳｅは、約４ミクロン～約６ミクロンの範囲のＩＲスペクトルにおけるより長い波長での検出を提供する。
【００４６】

単接合太陽電池の例では、衝撃を受けた材料のバンドギャップよりも大きい入射エネルギーを有する光子が吸収される。しかしながら、光子の余剰エネルギーは、熱緩和により熱として失われる。熱緩和によるエネルギー損失を低減し、それによって変換効率を増大させるために、種々のバンドギャップエネルギーの異なる半導体材料を使用することにで、多接合太陽電池を集積することができる。したがって、多接合太陽電池では、高エネルギー光子をより高い効率で収集することができる。

【００４７】

しかしながら、多接合半導体の組成及び製造は、材料の使用量及び製造の複雑さを増すため、デバイスの全体的なコストを増加させる。一方、ＰｂＳｅは、太陽スペクトルのより広い範囲の光吸収を可能にする狭いバンドギャップを有しており、これは、一部の半導体光起電力セルが吸収することができない低赤外領域において最も顕著である。さらに、ＰｂＳｅナノ構造及び対応する薄膜の開示された製造は、光起電力セルに使用される従来の半導体材料よりも大幅に低コストである。

【００４８】

加えて、ＰｂＳｅは、より狭い光吸収範囲を有するものであっても、従来の太陽電池よりも大幅に薄い、わずか数ミクロンの厚さを有する材料又は層内で太陽放射を吸収することが可能な直接遷移型バンドギャップ半導体である。さらに、有利には、開示されたＰｂＳｅナノ構造は、（例えば、従来の半導体材料と比較して）低温で、化学浴堆積等の低コスト製造技術により、大面積で比較的簡単に製造することができる。

【００４９】

本開示では、ナノ粒子（例えば、ナノプリズム及び／又はナノディスク等のナノ構造を含む）の混合物である多結晶ＰｂＳｅ薄膜が作製される。このような薄膜を使用して、太陽電池製品に使用される他の半導体材料の製造及び／又は保守に関連するコストを低減しながら、より広い範囲の電磁スペクトル（例えば、太陽スペクトル）からのエネルギー吸収を増加させることができる。

【００５０】

加えて、ナノ粒子用の１つ以上のエッチング技術及び／又はアラインメント技術を採用することによって、特定の検出器及び／又は太陽電池用のコストの低い個々の粒子を作製することができる。いくつかの例では、ＰｂＳｅナノ結晶において、キャリア増倍効果及び／又は量子サイズ効果が顕著である。例えば、キャリア増倍は、単一の入射光子から複数の励起子が生成されるプロセスである。例えば、ＰｂＳｅ量子ドットでは、最大７つの励起子を生成する単一の入射光子が観測されている。本開示では、これらの励起子を効果的に生成及び分離し得て、次いで、太陽電池の変換効率及び／又は検出器の感度の増加に寄与し得るＰｂＳｅナノ構造が提供される。いくつかの例では、ＰｂＳｅのバンドギャップは、ナノ構造のサイズの減少とともに増加するため、量子閉じ込めの効果によりＰｂＳｅ量子ドット内のバンドギャップの調整が可能になり、電磁スペクトルの１つ以上の特定の領域の標的を絞った吸収に役立つ。

【００５１】

例示的なガスセンサ用途では、開示されたＰｂＳｅナノ構造は、二酸化炭素（CO_2）又はアンモニア（NH_3）測定用のセンサに使用することができ、これは、大気汚染を監視する必須の環境用途の一部である。ＰｂＳｅナノ構造（例えば、ナノプリズム）は、単結晶構造及び小さいサイズを有するため、ＰｂＳｅナノプリズムを使用するセンサは、スマートフォン又は他のデバイス等の小さいデバイスに直接一体化されて、屋内及び屋外で空気及び／又は環境汚染をリアルタイムで監視することができる。

【００５２】

現在、非分散赤外線分光法等の一部の検出システムでは、かさばる大型の多結晶ＰｂＳｅ薄膜が使用されている。例えば、市販の薄膜検出器の検出限界は、０ｐｐｍ～４０００ｐｐｍの範囲のCO_2濃度に対して約５０ｐｐｍである。

【００５３】

有利には、開示されたセンサは、より高度な感度、ひいては検出性を提供するものであ

り、費用対効果も高い。例えば、ＰｂＳｅナノ構造を使用する大気汚染監視システムは、非限定的な例のリストとして、スマートフォン、パーソナル医療デバイス、タブレット、及び／又はウェアラブル消費者製品を含む種々のデバイスとの一体化のために小型化することができる。

【００５４】

超音波処理及び遠心分離によるナノ構造の単離、ＤＥＰプロセスによるサイズ分離／操作

ナノ結晶又はナノ構造は、典型的には、極性溶媒の添加によって、その成長及び調製媒体から単離される。基板から機械的に剥離された鉛カルコゲニドナノ構造は、極性溶媒容器に注意深く移される。ナノ構造の収集には、溶媒中での超音波処理及び遠心分離による沈降が使用される。しかし、単分散ナノ構造を分離するために、誘電泳動（ＤＥＰ：dielectrophoresis）等の他の技術を採用することもできる。この技術は、ナノ構造の双極子と電場の空間勾配との相互作用に起因する不均一な電場における誘電性又は分極性ナノ構造の移動に基づいている。鉛カルコゲニドは多様な誘電特性を有するため、ＤＥＰを使用して、ナノ結晶／ナノ構造中の異なるタイプの鉛カルコゲニドを操作、輸送、分離、及び選別することができる。ＤＥＰチップは、マイクロ流体チャネルを形成するギャップによって分離された電極、典型的にはマイクロアレイからなる。分離対象の鉛カルコゲニドナノ構造を導入し、適切な電場を印加して、標的ナノ構造をそのサイズ及び形状によって分離する。捕捉されたナノ構造の分離プロセスを監視するために、センサベースのＤＥＰデバイスを使用して、ナノ構造含有溶液中の同時検出及び濃度変化が可能になり得る。相互接続された２つの電極デバイスは、ナノ構造の誘電捕捉を行い、媒体の伝導性（例えば、インピーダンス）の変化を測定するように設計されている。

【００５５】

いくつかの開示された例では、図１に示すように、基板調製１０２、化学的調製及び溶媒との混合１０４、化学堆積（例えば、化学浴堆積による）１０６、真空ベーキング１０８、薄膜酸化（例えば、酸素増感）１１０、薄膜ヨウ素化（例えば、ヨウ素増感）１１２、アニーリング１１４、ナノ構造単離（例えば、酸化物を除去する化学的及び／又は電気化学エッチング）１１６、及び／又は後処理１１８のうちの１つ以上からなる単結晶ＰｂＳｅナノ構造（例えば、ナノプリズム等）を処理する方法１００が提供される。本明細書で提供されるように、プロセスは、列挙されたように進行することができ、列挙されたアクションのうちの１つ以上が任意選択であり、及び／又は異なるように構成されて進行することができる。

【００５６】

いくつかの例では、石英基板は、基板調製のステップにおいて、追加の又は任意選択のプラズマ洗浄及び／又は基板の１つ以上の表面を粗面化する表面処理を含み得る前洗浄に供される。ステップ４において、真空焼成は、所定の温度及び／又は温度範囲（例えば、約１０５℃）で所定の時間（例えば、約１６時間）行われ、酸化プロセスは、初期真空焼成温度（例えば、約４２０℃）よりも高い所定の温度で行われる。いくつかの例では、ヨウ素増感は、所定の温度（例えば、４５０℃）で、キャリア溶液（例えば、窒素）及びヨウ素蒸気から構成される混合気体を用いて、石英チューブ加熱炉によって行うことができる。化学エッチングは、フッ化水素（ＨＦ）及び脱イオン（ＤＩ）水（例えば、ＮａＯＨ：ＩＰＡ：ＤＩ）の混合溶液中で実行され、これは、５０：１（体積比当たり）のＨＦ及び／又は１：２５：５０（体積比当たり）のＤＩ水の溶液濃度を有することができる。開示された方法の結果として、ナノプリズムを含むＰｂＳｅナノ構造は、種々の異なるサイズを有する酸化物ＰｂＳｅ相の下に形成される。

【００５７】

低コストなものを使用することによって、ＰｂＳｅナノ構造を製造する全体的なコストが削減される。これら及び他の開示された方法、並びに得られたＰｂＳｅナノ構造生成物は、ＣＢＤ法を使用する低コスト及び低温製造技術においてヨウ素ドーピングレベルの変化を伴う大量の単結晶ナノプリズムの製造を可能にするため、他の技術に対する利点を提供する。

【００５８】
ＰｂＳｅの成長メカニズム
ナノプリズム、ナノディスク及び／又はナノロッドを含むＰｂＳｅナノ構造を作製するために、多結晶及び／又はアモルファスＰｂＳｅ層又は薄膜を最初に形成することができる。ＰｂＳｅ膜の成長速度は、錯体状態からのPb^{2+}イオンの放出速度、並びに酢酸鉛三水和物（$C_4H_6O_4Pb\cdot 3H_2O$）及びセレノ尿素（CH_4N_2Se）の分解に主として依存する。ＰｂＳｅは、Pb^{2+}イオンとSe^{2-}イオンとのイオン積がＰｂＳｅの溶液溶解度積（例えば、３００Ｋで約10^{-38}）を超えるときに形成される。したがって、鉛及びセレンイオンの濃度は、膜成長中に制御される。
【００５９】
鉛カルコゲニドの堆積において、概して、鉛前駆体として作用する酢酸鉛三水和物と錯体を形成して、金属カチオンPb^{2+}イオンの放出を制御するとともに、$Pb(OH)_2$の沈殿が防止される。ＰｂＳｅの場合、カルコゲニド前駆体であるセレノ尿素（CH_4N_2Se）の加水分解は、アニオンSe^{2-}イオンを提供する。鉛カルコゲニドは、イオン積が溶解度積（例えば、３００ＫでのＰｂＳｅについてK_{sp}約10^{-38}）よりも大きい場合に沈殿する。ＣＢＤプロセス中に大量の沈殿が予想される場合でも、基板に大量に付着することは予想されない。したがって、多結晶結晶成長は、２つの一般的な堆積メカニズム、すなわち、イオンバイイオン成長、又は水酸化物クラスター成長のうちの一方によって生じさせることができる。
【００６０】
イオンバイイオン成長は、典型的には均一な核形成が生じるときに、イオン反応の結果として生じる。したがって、イオン間の衝突は、基板上に吸着される核を形成し、イオンバイイオン成長は、典型的には、より大きい結晶をもたらし、結晶サイズは、膜厚に正比例する。
【００６１】
水酸化物クラスターの成長は、金属水酸化物の存在下で生じる。したがって、堆積メカニズムは、$Pb(OH)_2$が沈殿物又はコロイドのいずれかとして存在する場合に生じさせることができる。水酸化物クラスタター成長は、典型的には、イオンバイイオン成長と比較して、より小さい結晶をもたらす。イオンバイイオン成長とは異なり、膜厚は、水酸化物クラスター成長からの結晶サイズに大きく影響しない。
【００６２】
本開示は、ＰｂＳｅの堆積用のSe^{2-}イオンを提供するセレノ尿素の使用を記載しており、多結晶ＰｂＳｅ薄膜メカニズムは、イオンバイイオン成長に従う。したがって、ＰｂＳｅは、イオン積が溶解度積よりも大きいという条件で、式１によって記載されるようなイオン性反応によって形成される。
$Pb^{2+}+Se^{2-}\Leftrightarrow PbSe$
式１
【００６３】
式１で与えられる化学反応は、溶液中の基板上へのＰｂＳｅの沈殿をもたらす。
【００６４】
セレン化鉛の堆積
一旦形成されると、ＰｂＳｅは、熱分解、真空蒸着、スパッタリング、化学気相堆積法（ＣＶＤ：chemical vapor deposition）、分子線エピタキシー（ＭＢＥ：molecular-beam epitaxy）、及び化学浴堆積（ＣＢＤ）を含む種々の処理技術によって堆積させることができる。開示された例によれば、ＣＢＤ技術は、比較的低い温度で実行可能な単純で低コストの技術である等、ＰｂＳｅナノ構造を形成するのに特に有利である。
【００６５】
ＰｂＳｅ薄膜の調製に使用される化学物質は、分析グレードのものであり、特に精製することなく使用することができる。いくつかの例では、酢酸鉛三水和物（$(CH_3COO)Pb\cdot 3H_2O$）及びセレノ尿素（CH_4N_2Se）が、それぞれPb^{2+}及びSe^{2-}

イオン源として使用される。クエン酸三ナトリウム（ＴＳＣ）は、金属イオンの徐放用の錯化剤として作用し、したがって、ナノ結晶性ＰｂＳｅ薄膜の形成を容易にする。

【００６６】

化学浴堆積を開始する前に、酢酸鉛溶液、セレノ尿素溶液、及び／又はヨウ素溶液が別々に調製され、これは、或る程度の時間前に（例えば、約２４時間前に）行うことができる。セレノ尿素溶液を調製するために、初期量（例えば、約４５５．２グラム）の酢酸鉛三水和物結晶を容器（例えば、１０００ｍｌプラスチックボトル）に添加し、ボトルの重量が閾値量（例えば、約８００グラム）に達するまでＤＩ水をゆっくりと添加する。別の容器（例えば、２０００ｍｌビーカー）に所定量の流体（例えば、５００ｍｌのＤＩ水）を提供し、これを加熱し（例えば、ホットプレート上の高い設定に配置し）、酢酸鉛を有する容器をその中に配置する。

【００６７】

いくつかの例では、ホットプレートの上面において、測定値は約６４℃である。熱供給は、約３０分以内に酢酸鉛結晶を完全に溶解する。このステップが完了すると、酢酸鉛溶液のボトルは、３０℃に設定された恒温槽内に保持される。セレノ尿素溶液の調製のために、１３５５グラムのＤＩ水を２０００ｍｌのメスフラスコに加え、次いでこれをホットプレート上に配置する。ホットプレートダイアルを高にすると、水を沸騰させるのに約１時間かかる。フラスコの底は約９０℃の温度に達している。フラスコ内の水分が１０分間沸騰したところで、メスフラスコを水道水の入ったコンテナに入れ、７０℃まで冷却する。

【００６８】

冷却後、沸騰によるＤＩ水の損失量を加えて、約１３５５グラムが確実に回収されるようにする。次に、約０．０５０ｋｇのセレノ尿素をフラスコに注ぎ、セレノ尿素が完全に溶解するまで数回振盪する。セレノ尿素溶液の作製が完了したら、ＣＢＤに使用する前に、所定の期間、室温で暗環境に配置する。

【００６９】

ヨウ素溶液の調製のために、１３グラムのヨウ化カリウム（ＫＩ）結晶を含有する予め洗浄した２５０ｍｌのメスシリンダーを、約５０ｍｌの脱イオン（ＤＩ）水と混合し、およそ５０ｍｌのイソプロパノールをメスシリンダーに添加する。結晶を完全に溶解させるために、約２０分間供給される１００％までの出力で超音波振動機にメスシリンダーを入れ、メスシリンダーを数回反転させることによって完全に混合する。完全に溶解していない場合、この工程を２回又は３回繰り返す。ＫＩ結晶の溶解が完了したら、ＤＩ水をメスシリンダーに２５０ｍｌの目盛りまで加え、次いで、メスシリンダーを２０回～２５回反転させることによって完全に混合する。この溶液を室温で少なくとも一晩保存する。

【００７０】

いくつかの例では、ＰｂＳｅの堆積は、２つの層からなり、第１の層は、それに添加されるヨウ素をほとんど又は全く有さず、第２の層は、調整可能な量又は濃度のヨウ素でドーピングされており、これは、ドナー不純物と見なされる量でのドーピングを用いて、望ましいＰｂＳｅナノ構造（例えば、ナノプリズム）を作製するように制御される。したがって、キャリア濃度は、ＣＢＤプロセス中に所望の量のヨウ素を添加することによって変化させることができる。例では、一方又は両方の層は、所定の時間（例えば、１層当たり３０分、合計１時間）化学浴堆積に供され、これは、リーチ層について同じであってもよいが、変化してもよい。堆積時間を変化させることによって、薄膜ＰｂＳｅの厚さ及び形態が変化し、ＰｂＳｅ構造及び／又は特性の最適化が可能になる。図４の例に示すように、キャリア濃度は、ＰｂＳｅナノ構造（例えば、ｐ型ＰｂＳｅ粒子）に適用される１つ以上の増感処理（例えば、酸素化及び／又はヨウ素化）の関数として変化する（例えば、低下する）。

【００７１】

例では、１つ以上の基板が、ＤＩ水の容器内に搭載され、ＤＩ水中に浸漬されるタングステンランプによって基板を加熱するために使用され、ランプ電圧は、実験室製プログラ

ムによって供給される。化学堆積中の溶液のピーク堆積温度は、徐々に９０℃に達する。１００ｍｌの目盛付きビーカーへの酢酸鉛溶液の第１の量を測定し、別の２５０ｍｌの目盛付きビーカーを使用して、セレノ尿素溶液の第２の量を別に調製する。単結晶ＰｂＳｅナノプリズム成長に関して実験的に得られたデータに応じて、ｘ量及びｙ量は変化し、典型的には、ＰｂＳｅ検出器用途に関して、ｘ／ｙ比は、７５／１５０である。溶液パンの底部には、１００ｒｐｍ～３００ｒｐｍで使用されるテフロンコーティングされた撹拌棒がある。各溶液の第１の量及び第２の量を、撹拌棒を含む溶液パンに同時に注ぎ、１００ｍｌのＤＩ水を、タングステン（Ｗ）ランプバルブから、溶液混合物に面するパンの底部に取り付けられた基板に熱エネルギーを伝達する媒体として、基板パンに注ぐ。これは、熱エネルギーを間接的に基板に均一に伝達する１つの方法である。浴温度は、容器内の中間点深さに配置された熱電対によって測定される。堆積サイクルの終わりに、浴温度はピーク温度を中心とし、基板が載置されたパンは、溶液を含むコンテナから急激に取り外され、次いで、基板パンは、脱イオン水中に浸漬されるため、温度は、室温に戻る。

【００７２】

第２の層の堆積のために、第１の層は、ＰｂＳｅ結晶マトリックスに組み込まれる化学堆積の完了時にドナー濃度を変化させる容器内のセレノ尿素及び酢酸鉛溶液に所与の量のヨウ素溶液を添加することによって繰り返される。いくつかの追加又は代替の例では、開示されたＰｂＳｅ検出器のために添加されるヨウ素の量は、約１２ｍｌ～６０ｍｌ（例えば、約２４ｍｌ）とすることができる。ヨウ素添加の欠落の仕方は、多結晶ＰｂＳｅ薄膜の形態、及びＰｂＳｅ薄膜全体にわたるドーピング量の分布に影響を及ぼす。本発明では、ヨウ素溶液を添加した直後、実際のＣＢＤを開始する前に、マグネチックスターラーを１分間回転させる。第２の層が完成すると、基板を含むパンは、温度が下がるまでＤＩ水の容器に入れられ、その後、通常の洗浄手順が続く。

【００７３】

調製されたＰｂＳｅ薄膜は、本質的に多結晶構造であり、薄膜又は基板中に捕捉され得て、エッチングされた粗面形態を有する任意の種類の溶媒を除去するために、真空焼成ステップに供される。真空焼成ステップは、所定の温度（例えば、１０５℃）で所与の期間（例えば、一晩）行われる。この温度は、ＰｂＳｅ薄膜の結晶構造を変化させない。

【００７４】

いくつかの例（ブロック１１０によって表される）では、酸化ステップの間に、最初にドーピングされたヨウ素は、薄膜の表面並びにＰｂＳｅマトリックスの内部で表面再結晶化現象を誘発し、ナノリボン、ナノロッド、及びナノディスクを含む一連の単結晶ＰｂＳｅナノプリズムを形成する。酸化ステップでは、ガス（例えば、酸素及び／又は窒素）が使用され、垂直酸化石英管炉内に上から下にパージされる。例えば、酸素と窒素との混合ガスのガス比は、酸素流量が約１．０５リットル／分、窒素流量が約１．９５リットル／分に相当し得る約２０％、７５％に設定され、縦型炉内全体では約３．０リットル／分となる。管状炉内のピーク温度は、ナノ粒子のサイズ及び形状の要件に応じて調整することができるＰｂＳｅの結晶化の程度に関連する。ナノプリズムの矩形形状を取得する典型的なピーク炉温度は、約４２０℃であると考えられる（例えば、図５Ａ及び図５Ｂを参照）。堆積された薄膜ＰｂＳｅ合金（Ｐｂ０．５５、Ｓｅ０．４５の組成比を有する）は、Ｐｂの融点（例えば、１００℃）を超える高温にさらされるため、ナノ粒子の他の相（例えば、ナノプリズム、ナノリボン、及び／又はナノディスク）は、混合された固相及び液相によって成長することができる。その後の冷却により、粒子の形状（例えば、冷却速度、所望の温度に達するまでの時間、ガスの存在等）を決定することができる。

【００７５】

いくつかの例では、（ブロック１１２によって表される）ドナー不純物としてヨウ素を使用するドーピングプロセスが続く。このブロックでは、単結晶ＰｂＳｅナノ粒子（例えば、ナノプリズム、ナノリボン、ナノディスク）のキャリア濃度は、特定の用途の要件に応じて変えることができる。換言すれば、エネルギーバンド図における不純物レベルは、単純な管状炉内でヨウ素を添加することによって調整することができることが直接得られ

る。管状炉の中心ゾーンの設定温度は、管状炉内で高い露出温度（例えば、約３９５℃）をもたらす所定の点（例えば、約３４７℃）に設定することができる。

【００７６】

いくつかの例では、ヨウ素結晶昇華プロセスは、ヨウ素蒸気を炉内に供給するために、ヨウ素結晶を含む実験室で作られた水循環グラハム管を用いて行われる。窒素ガスは、ヨウ素に富む蒸気を炉内に導入するキャリアとして使用される。窒素ガス溶液の適用は、溶液がヨウ素蒸気を運ばない場合、所定の速度（例えば、１．２標準立方フィート／時間（ＳＣＦＨ：standard cubic feet per hour）に設定することができ、溶液が蒸気を運ぶ場合、より高い所定の速度（例えば、１２．０ＳＣＦＨ）に設定することができる。比較的高温でのヨウ素堆積時間を最適化することによって、ＰｂＳｅ結晶のドーピングレベルを調整することができる。例えば、ドーピング時間は、炉の中心でのピーク温度又はその付近で約７０秒に設定することができる。

【００７７】

いくつかの例では、ドーピング時間を変化させて、所与のドーピング濃度に対応する所望の感度を提供することができる。本明細書に開示されるように、ドーピングプロセスは、試料（例えば、石英基板）が（例えば、石英炉内で）熱処理されているときに実装される。図２Ａは、ＰｂＳｅ薄膜（したがって、その中に含まれるナノ構造）の画像を示しており、キャリア濃度レベルは、２つの増感プロセス条件（例えば、酸素化及び／又はヨウ素化）によって調整することができ、調整可能なパラメーターは、熱処理中（例えば、炉内）の温度、時間、及び／又は誘起ガス量の量及び／又は濃度のうちの１つ以上に対応する。本開示では、得られたＰｂＳｅナノ構造中のキャリア濃度は、２つの増感プロセスのうちの１つ以上のパラメーターを変更することによって、指数関数的な量だけ変更することができる。図２Ｂは、ＰｂＳｅ材料についての多数の可能なナノ構造角度又は結晶学的成長配向を示している。

【００７８】

いくつかの例では（ブロック１１４によって表される）、ヨウ素化後にナノ粒子の温度を低下させるためにアニーリングが行われる。

【００７９】

ＰｂＳｅナノ粒子の製造

この段階では、単結晶ナノ粒子は露出しておらず、多結晶ＰｂＳｅ薄膜内に埋め込まれ、及び／又は多結晶ＰｂＳｅ薄膜の下にあるため、ナノ粒子は、調査（例えば、ＳＥＭ又は他の調査ツール下で）に対して検出可能ではない。

【００８０】

開示される例（ブロック１１６によって表される）では、ＰｂＳｅナノ粒子は、希釈されたフッ化水素（ＨＦ）溶液、希釈されたＨＦ溶液（体積比でＤＩ水：ＨＦ＝５０：１）、又はＮａＯＨ：ＩＰＡ：ＤＩ水（体積比で１：２５：５０）の溶液等のエッチング液を使用する表面エッチングプロセスによって露出させることができる。開示された方法によって得られたナノ粒子の例を図３Ａに示している。図３Ｂは、図３ＡのＰｂＳｅナノ構造の画像内のＰｂＳｅナノプリズムを示しており、マトリックス内に提供されるような、角度プロファイル１０１及び１１０を有する粒子の形状をとる。

【００８１】

ＳＥＭ調査によって確認されるように、矩形形状のナノプリズムの場合、第１の寸法（例えば、長さ）は、４００ｎｍ～約１ミクロンの範囲であると推定され、第２の寸法（例えば、厚さ）は、数ｎｍ～５０ｎｍの範囲であると推定される。エネルギー分散型Ｘ線分光法（ＥＤＳ：energy-dispersive X-ray spectroscopy）分析下で、ドーパントとしてヨウ素を含有するＰｂＳｅナノ結晶／ナノ構造が提示される。例えば、図３Ｂは、１ミクロン×１ミクロンのサイズを有する多数のナノ粒子を示している。これらの粒子は、溶液ベースの方法で収集することができる。

【００８２】

いくつかの例では、（ブロック１１８によって表される）長期後焼成等の後処理は、以

下の利点のうちの１つ以上を提供する所定の温度（例えば、約１５０℃）で実行される。ドーピングされたヨウ素は、後焼成ステップ中にサイズが成長することができるＰｂＳｅナノ粒子内に均一に再分布される。

【００８３】

開示される方法は、ＣＢＤ技術及びヨウ素ドーピングプロセスを使用して実質的に平坦なＰｂＳｅナノ構造（例えば、ナノプリズム、ナノプレート）を合成し、図４の例示的なグラフに示すように、ＰｂＳｅナノ構造の電気的特性を最終的に制御するように設計される。

【００８４】

ＰｂＳｅマトリックス全体にわたる実質的な数の単結晶ＰｂＳｅナノプリズムは、薄膜の感度及び検出性能を増加させ、例えば、太陽電池、発光ダイオード、ガス分析、医療サービス、工業プロセス、排出監視、分光法、プロセス制御システム、熱撮像、防衛及びセキュリティ技術、及び／又は中波ＩＲ領域（例えば、３ミクロン～５ミクロン）におけるナノサイズ検出器等、検出以外の用途でも技術的な利点をもたらす。

【００８５】

本開示は、ＰｂＳｅを採用する薄膜光検出器等のＰｂＳｅの用途について言及しているが、開示される方法は、他のＰｂ系カルコゲニド及び／又は半導体材料、及び／又は他の金属合金（例えば、他のポスト遷移金属を含む）に適用可能であり得る。

【００８６】

図５Ａ及び図５Ｂは、本開示の態様による、ＰｂＳｅナノ構造のフォトルミネセンス測定レベルを提供するグラフである。例えば、フォトルミネセンス（ＰＬ：photoluminescence）は、特定の材料の電子構造を試験するプロセスを介して測定することができる。ＰＬは、電磁エネルギーが吸収され、次いで、吸収された電磁エネルギーとは異なる波長であり得る波長の範囲で放出されるときの現象である。

【００８７】

いくつかの例では、単色エネルギー源（例えば、レーザ）が材料に向けられて、試料を励起する。このエネルギーに応答して励起された電子は、基底状態からより高い励起エネルギー状態に移動する。次いで、材料は、基底状態に戻るにつれて、フォノン（振動）及び光子（光）の組み合わせとしてエネルギーを放出する。センサは、スペクトル及び／又は空間分析のために放出された光を測定して、材料特性に関する情報を得ることができる。

【００８８】

いくつかの例では、励起状態は伝導帯（ＣＢ：conduction-band）内にある。励起光子は、電子をＣＢへと高く励起するように示されるはずである。その後、非放射緩和によって、電子は伝導帯下端（ＣＢＭ）に移動する。

【００８９】

物質との相互作用中にエネルギー量が消費されるため、放出されたエネルギーは吸収されたエネルギーよりも少なくなる。放射再結合によって放出される光のエネルギーは、励起状態と平衡状態との間の遷移に関与する２つのエネルギー準位間の差に関連している。

【００９０】

このプロセスは、非限定的な例のリストとして、欠陥検出、不純物レベルの測定、再結合メカニズム、材料品質の分析、バンドギャップエネルギーの決定、分子構造及び結晶化度等の種々の状況において情報を生成するために使用することができる。

【００９１】

図５Ａは、開示された方法によって調製されたナノプリズム材料に対して並置された非調製材料の両方についてのＰＬ強度の例を示している。非調製材料は、低いレベル（例えば、１０任意単位未満）に達したが、開示されたナノプリズム材料は、１４０任意単位に近いピークに達した。したがって、ＰＬ強度は、堆積された非調製材料よりも約１４０倍良好に増加し、ＰｂＳｅ結晶化度の程度が実質的に増強されることを示している。図５Ｂは、図５ＡのＰＬグラフのフィルタリング又は平滑化された線を示している。

【００９２】

複数の例及び／又は実施形態がＰｂＳｅナノ構造に関して説明されるが、本明細書に開示される原理及び／又は利点は、特定のタイプの材料及び／又は用途に限定されない技術を採用することができる。

【００９３】

本開示は、或る特定の実施形態を参照して説明されてきたが、当業者であれば、本開示の範囲から逸脱することなく、種々の変更を行うことができるとともに均等物に置き換えることができることを理解するであろう。加えて、本開示の範囲から逸脱することなく、本開示の教示に対して特定の状況又は材料を適応させるように多くの改変を行うことができる。したがって、本開示は、開示されている特定の実施形態に限定されず、むしろ、本開示は、添付の特許請求の範囲の適用範囲内に入る全ての実施形態を含むことが意図される。

【図面】

【図１】

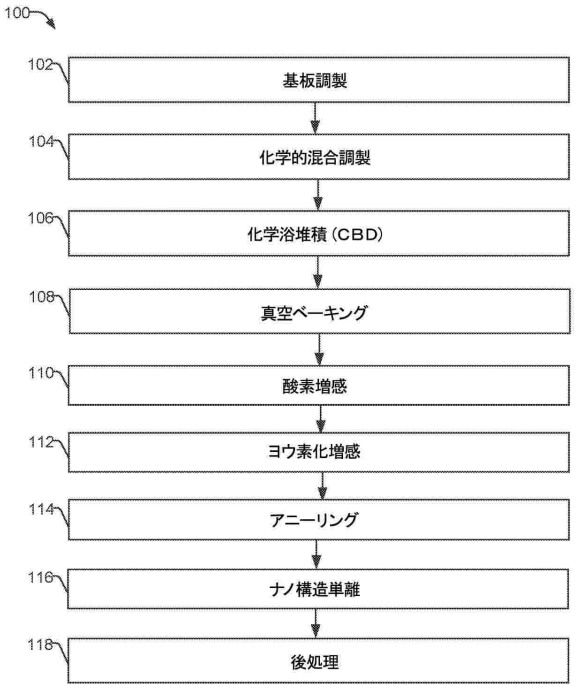


FIG. 1

【図２Ａ】

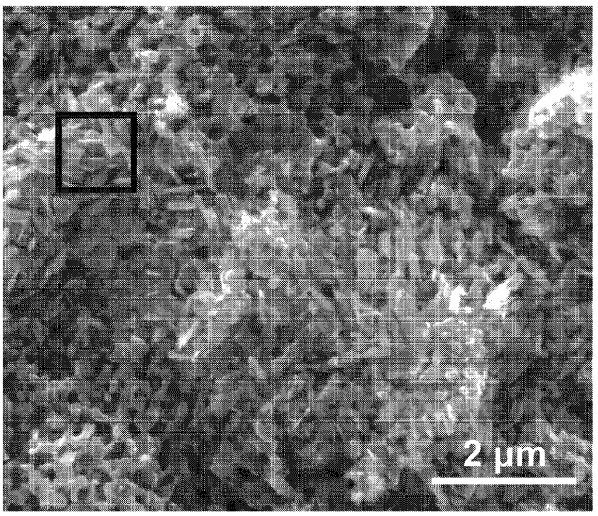


FIG. 2A

【図２Ｂ】

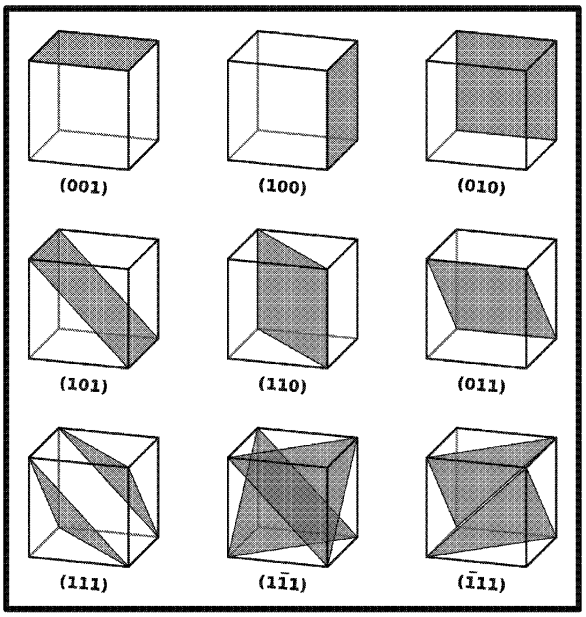


FIG. 2B

【図３Ａ】

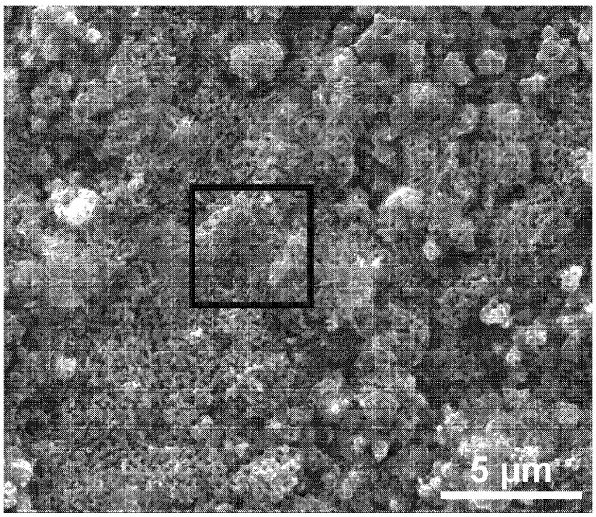


FIG. 3A

【図３Ｂ】

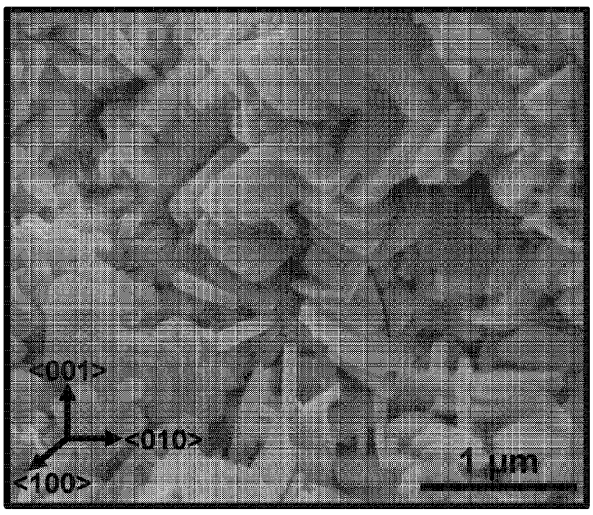


FIG. 3B

【図４】

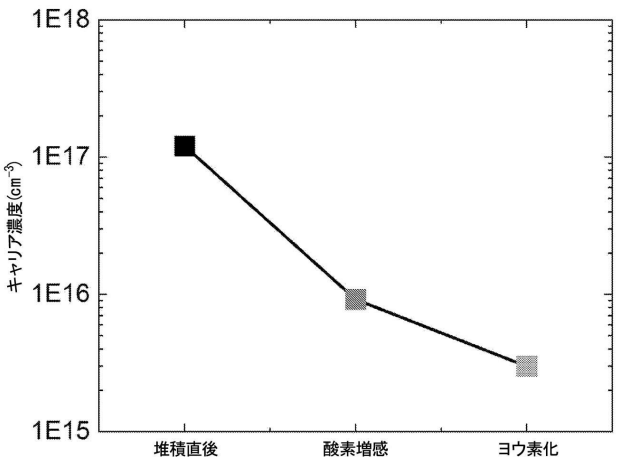


FIG. 4

【図５Ａ】

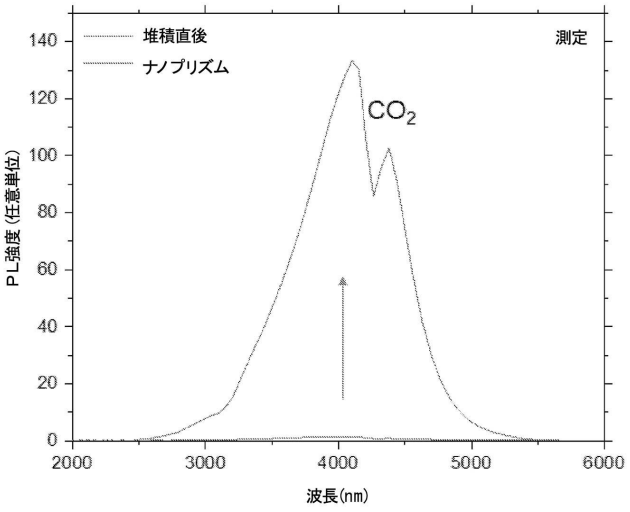


FIG. 5A

【図５Ｂ】

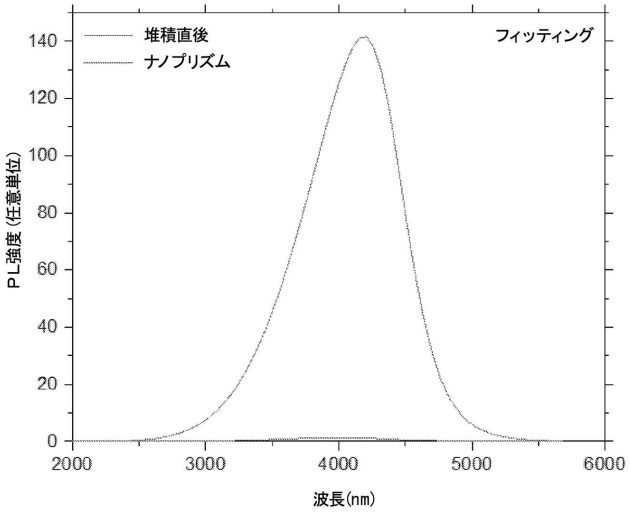


FIG. 5B

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2022/050328

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. H01L31/032 H01L31/0352 H01L31/09 H01L31/18
ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
H01L

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	KIM SUNG-GU ET AL: "Nanoparticle and Laminar Structured Lead Selenide Photoconductive Thin Film", JOURNAL OF NANOSCIENCE AND NANOTECHNOLOGY, vol. 19, no. 4, 1 April 2019 (2019-04-01), pages 2334-2338, XP093026852, Retrieved from the Internet: URL:https://doi.org/10.1166/jnn.2019.16113 >	20-24
A	the whole document	1-19

-/--

[x] Further documents are listed in the continuation of Box C. [x] See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance;; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance;; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
27 February 2023	07/03/2023

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Voignier, Vincent

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (April 2005)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2022/050328

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	CHEN PENGYU ET AL: "High-performance silicon-based PbSe-CQDs infrared photodetector", JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE: MATERIALS IN ELECTRONICS, CHAPMAN AND HALL, LONDON, GB, vol. 32, no. 7, 10 March 2021 (2021-03-10) , pages 9452-9462, XP037428969, ISSN: 0957-4522, DOI: 10.1007/S10854-021-05609-Y [retrieved on 2021-03-10] the whole document	20-24
X	US 2014/252529 A1 (SHI ZHISHENG [US] ET AL) 11 September 2014 (2014-09-11)	20-24
A	the whole document	1-19
X	SO HYE-MI ET AL: "Oxygen aided photoresponse enhancement of air-stable PbSe quantum dot based photoconductors", OPTICAL MATERIALS EXPRESS, vol. 7, no. 8, 18 July 2017 (2017-07-18), page 2905, XP055794609, DOI: 10.1364/OME.7.002905 the whole document	20-24

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (April 2005)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/US2022/050328

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2014252529 A1	11-09-2014	CN 105009306 A	28-10-2015
		US 2014252529 A1	11-09-2014
		WO 2014137748 A1	12-09-2014

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (April 2005)

フロントページの続き

,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,CV,CV,CZ,DE,DJ,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IQ,IR,IS,IT,JM,JO,JP,KE,KG,KH,KN,KP,KR,KW,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,WS,ZA,ZM,ZW

（特許庁注：以下のものは登録商標）

１．テフロン

アメリカ合衆国，カリフォルニア ９３０１２，カマリロ，カーレ シャート １２６０，シー／オー オプト ダイオード インコーポレイティド

(72)発明者 チュン フン パク

アメリカ合衆国，カリフォルニア ９３０１２，カマリロ，カーレ シャート １２６０，シー／オー オプト ダイオード インコーポレイティド

Ｆターム（参考） 4G077 AA03 BE25 CB02 CG10 EB01 ED06 FB03 FC05 FE03 HA01 HA02