

(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101560059 B

(45) 授权公告日 2012. 09. 12

(21) 申请号 200910043533. 7

(22) 申请日 2009. 05. 27

(73) 专利权人 中南大学

地址 410083 湖南省长沙市岳麓区麓山南路 1 号

(72) 发明人 段学臣 刘扬林 李海斌 朱协彬 刘梓旗

(74) 专利代理机构 长沙市融智专利事务所 43114

代理人 颜勇

(51) Int. Cl.

C03C 17/23 (2006. 01)

C03C 17/34 (2006. 01)

B82B 3/00 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 1289128 A, 2001. 03. 28, 全文.

JP 特开 2005-263620 A, 2005. 09. 29, 全文.

CN 101407328 A, 2009. 04. 15, 全文.

徐迪. Al 掺杂量对 ZnO :Al 薄膜微观结构和光电性能的影响. 《材料导报》. 2008, 第 22 卷 63 - 65.

徐迪. 水热法制备掺铝氧化锌纳米棒阵列及其光学特性. 《功能材料》. 2008, 第 39 卷 (第 4 期), 695 - 697.

徐迪. Al 掺杂量对 ZnO :Al 薄膜微观结构和光电性能的影响. 《材料导报》. 2008, 第 22 卷 63 - 65.

徐迪. 水热法制备掺铝氧化锌纳米棒阵列及其光学特性. 《功能材料》. 2008, 第 39 卷 (第 4 期), 695 - 697.

审查员 刘鹏

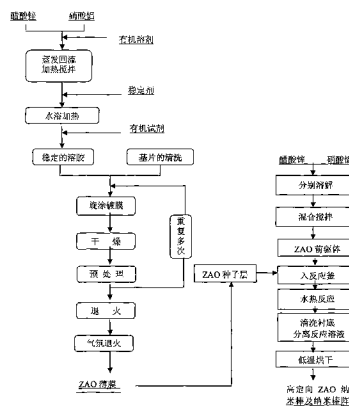
权利要求书 2 页 说明书 5 页 附图 1 页

(54) 发明名称

掺铝氧化锌涂膜和纳米棒阵列材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种掺铝氧化锌涂膜和纳米棒阵列材料及其制备方法,该掺铝氧化锌涂膜和纳米棒阵列材料成分按照重量百分比含量为:氧化锌 95-99%,铝掺杂量为 1-5%。其制备方法利用溶胶凝胶法,包括按比例将醋酸锌和硝酸铝加入有机溶剂回流加热,再加入一定量的稳定剂在一定温度下进行水浴加热,然后按需加入无水乙醇、甲酰胺或甲醇等有机试剂制成溶胶,然后利用旋转涂覆法成膜,经干燥、预处理、反复旋涂、退火、在氢气和氮气气氛下二次退火等工艺即可得到掺铝氧化锌纳米涂膜材料,再采用水热法制备高定向掺铝氧化锌纳米棒及其阵列。本发明原材料利用率高,成本低,制备工艺简化,可以从分子设计水平控制材料的性能与粒度。



CN 101560059 B

1. 一种掺铝氧化锌薄膜的制备方法,其特征在于,采用以下 2 种方法中的任一种制备掺铝氧化锌薄膜:

(1) 第一种方法:

称取二水合醋酸锌 65.853g,九水合硝酸铝 5.418g,将其完全溶于有机溶剂中配成 250 毫升溶液,有机溶剂为乙二醇甲醚,蒸发回流,加热搅拌,在回流后的溶液中加入稳定剂乙醇胺 3.5 毫升,在 60℃水浴加热搅拌 1 小时,再加入有机试剂无水乙醇定容至 500 毫升,得透明均质溶胶,溶胶浓度 0.6mol/L,掺杂质量比浓度 [Al/Zn] 在 2.0%;用载玻片作基片,基片应清洗干净,清洗方法为用洗衣粉和自来水洗去基片污点;用 10% NaOH 稀溶液浸泡洗去油污;用重铬酸钾溶液浸泡;用去离子水冲洗;再依次分别用去离子水、甲醛溶液、无水乙醇溶液、丙酮溶液浸泡,每一种溶液浸泡后分别进行电磁波超声清洗;并反复 3-5 次,将清洗后的玻璃片一直放在无水乙醇或丙酮中储存,涂膜之前在干燥箱中干燥后即刻使用;利用旋转涂覆法成膜,先在 1000r/min 转速下滴胶 15 秒,然后在 3000r/min 转速下匀胶 20 秒;100℃干燥 10 分钟;然后在 300℃预处理 10 分钟;冷却后反复涂膜 5-10 次;将薄膜在 550℃退火 1 小时;最终在 5%氢气和 95%氮气气氛下 450℃二次退火 1 小时,制得掺铝氧化锌纳米涂膜材料;

(2) 第二种方法:

称取二水合醋酸锌 43.902g,九水合硝酸铝 5.586g,将其完全溶于有机溶剂中配成 250 毫升溶液,有机溶剂为异丙醇,蒸发回流,加热搅拌,在回流后的溶液中加入稳定剂乙酰丙酮 4.5 毫升,在 70℃水浴加热搅拌 1 小时,再加入有机试剂甲酰胺定容至 500 毫升,得透明均质溶胶,溶胶浓度 0.4mol/L,掺杂质量比浓度 [Al/Zn]3.1%;用载玻片作基片,基片应清洗干净,清洗方法为用洗衣粉和自来水洗去基片污点;用 10% NaOH 稀溶液浸泡洗去油污;用重铬酸钾溶液浸泡;用去离子水冲洗;再依次分别用去离子水、甲醛溶液、无水乙醇溶液、丙酮溶液浸泡,每一种溶液浸泡后分别进行电磁波超声清洗;并反复 3-5 次;利用旋转涂覆法成膜,先在 1000r/min 转速下滴胶 20 秒,然后在 3000r/min 转速下匀胶 25 秒;100℃干燥 10 分钟;然后在 300℃预处理 10 分钟;冷却后反复涂膜 5-10 次;将薄膜在 600℃退火 1 小时;最终在 5%氢气和 95%氮气气氛下 450℃二次退火 1 小时,制得掺铝氧化锌纳米涂膜材料。

2. 一种高定向纳米棒阵列的制备方法,其特征在于,采用以下 2 种方法中的任一种方法制备高定向纳米棒阵列:

(1) 第一种方法

采用权利要求 1 中的第一种方法制备的掺铝氧化锌作为种子层,使其附着在涂有铟锡氧化物的玻璃片上,分别称取二水合醋酸锌 2.195g 和九水合硝酸铝 0.1806g,分别溶解于蒸馏水中,再混合两种溶液,加入 15g 六次甲基四胺,加入表面活性剂聚乙烯亚胺 8 毫升,搅拌均匀,定容至 500 毫升、搅拌均匀得前驱溶液,用蒸馏水反复清洗种子层,然后倾斜放入水热反应釜中;往反应釜内倒入前驱溶液至容积的 60%,密封反应釜;把反应釜置于真空干燥箱中 95℃进行水热反应,反应时间为 6h;反应完毕待反应釜冷却后,取出玻璃片,用蒸馏水反复冲洗;用离心机分离反应溶液,再用蒸馏水清洗 5 次得粉末;将玻璃片和粉末置于 65℃的恒温箱中干燥,制备出直径在 45-55nm、高度 C 轴取向的 ZAO 纳米棒阵列及其粉末;

(2) 第二种方法

采用权利要求 1 的第二种方法制备掺铝氧化锌作为 1 种子层,使其附着在涂有铟锡氧化物的玻璃片上;分别称取二水合醋酸锌 5.488g 和九水合硝酸铝 0.469g,分别溶解于蒸馏水中,再混合两种溶液,加入 20g 六次甲基四胺,加入表面活性剂聚马来酰亚胺 8 毫升,搅拌均匀,定容至 500 毫升、搅拌均匀得前驱溶液,用蒸馏水反复清洗种子层,然后倾斜放入水热反应釜中;往反应釜内倒入前驱溶液至容积的 70%,密封反应釜;把反应釜置于真空干燥箱中 95℃进行水热反应,反应时间为 6h;反应完毕待反应釜冷却后,取出玻璃片,用蒸馏水反复冲洗;采用真空抽滤的方法分离反应溶液,再用蒸馏水清洗 5 次得粉末;将玻璃片和粉末置于 65℃的恒温箱中干燥,制得直径在 50-60nm、高度 C 轴取向的 ZAO 纳米棒阵列及其粉末。

掺铝氧化锌涂膜和纳米棒阵列材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于薄膜技术领域,涉及一种掺铝氧化锌涂膜和纳米棒阵列材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 金属氧化物透明导电薄膜具有广阔的应用前景,现已广泛应用于平板显示、电磁屏蔽、热阻挡层、气敏传感器、太阳能电池等领域。有代表性的金属氧化物透明导电薄膜材料主要有 In_2O_3 、 SnO_2 和 ZnO 三大体系。

[0003] 目前,金属氧化物透明导电材料应用广泛的是 $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ (ITO) 薄膜,其具有透光率高、导电性好、衬底附着性强及硬度较高等优点,基于磁控溅射技术的商业化生产,ITO 薄膜已被广泛应用于平板显示器件。但由于铟等原材料储量少、有毒,并且价格昂贵,薄膜制备成本高、稳定性差,从而限制了其在实际中的应用。

[0004] 单晶氧化锌纳米棒阵列具有无晶界、晶体缺陷少、比表面积高等特点,无论是单独作为低维材料,还是作为微型器件、低维复合材料的构成体,在功能材料领域都有广泛的应用前景。理想化学配比的纯 ZnO 表现为绝缘体,但是由于 ZnO 本身点缺陷的存在,使得 ZnO 偏离理想化学配比,本征 ZnO 表现出 n 型半导体的性质。通过掺入 III 族元素 (B, Al, Ga, In), 或 VII 族元素 F 等可以降低 ZnO 薄膜的电阻率。

[0005] 在 ZnO 薄膜中掺入 Al 元素后,形成的掺铝氧化锌 $\text{ZnO}:\text{Al}$ (ZAO) 透明导电薄膜不仅具有优良的光电性能,而且薄膜的稳定性大大提高,其突出优势是原料易得,无毒,价格低廉,是 ITO 薄膜的理想替代品,在光电领域具有广阔的应用前景。掺铝氧化锌纳米棒阵列比 ZnO 阵列具有更加优异的光电性能,可广泛应用于平面显示器件电极,太阳能电极、节能视窗、气敏传感器、压电器件、场发射及光电子器件。

[0006] 目前制备 ZAO 薄膜的方法比较多,主要有磁控溅射法、喷雾热分解法和溶胶凝胶法等方法。磁控溅射法具有沉积速率高、适于大面积薄膜制备等优点,是目前常用的优质 ZAO 薄膜的制备方法,但投资费用高,生产工艺复杂,要使用价格昂贵的靶材,且靶的利用率低 (约 30%),从而限制了其应用范围;喷雾热分解法制备 ZAO 透明导电薄膜在韩国、印度和西班牙有一定应用,但在我国还未见相关报道;溶胶凝胶法基于水解缩合反应,是制备高性能颗粒和薄膜的新方法,它工艺设备简单,成本较低,生长温度低,易于控制薄膜成分,可在分子水平控制掺杂,制备较理想的透明导电薄膜。

[0007] 目前,高定向的 ZnO 纳米棒阵列已被不同的化学、电化学及物理沉积方法制备出,如气相输运沉积法、模板法、水热法等。在这些方法中,气相输运沉积法需要较复杂的设备、较高的温度和金属催化剂,不适合大面积制备薄膜;模板法在去除模板的过程中容易造成薄膜的塌陷和棒的破坏,大面积制备均一的薄膜也存在困难。与其它方法相比,水热法设备简单、反应条件温和、价格低廉,是大面积制备一维 ZnO 纳米结构的理想方法。国内外用水热法制备 ZnO 纳米棒阵列偶有报道,但利用该法制备高定向掺铝氧化锌纳米棒阵列的报道目前未见。

发明内容

[0008] 本发明的目的在于克服已有技术的不足,提供一种掺铝氧化锌涂膜和纳米棒阵列材料及其制备方法,该纳米涂膜材料和高定向纳米棒阵列材料用于平面显示器件电极,太阳能电极、节能视窗、气敏传感器、压电器件、场发射及光电子器件,制备的 ZAO 薄膜比同类现有的薄膜透射率提高 5% 以上,电阻率降低 10% 以上。

[0009] 为实现上述目的,本发明的技术方案为:

[0010] 一种掺铝氧化锌薄膜,其特征在于,其成分按照重量百分比含量为:氧化锌 95 ~ 99%,铝掺杂量为 1 ~ 5%,掺铝氧化锌复合氧化物的直径在 40nm ~ 60nm 之间。

[0011] 一种高定向掺铝氧化锌纳米棒阵列,其特征在于,其成分按照重量百分比含量为:氧化锌 95 ~ 99%,铝掺杂量为 1 ~ 5%,掺铝氧化锌复合氧化物的直径在 40nm ~ 60nm 之间。

[0012] 一种掺铝氧化锌薄膜的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

[0013] 1) 制备溶胶:称取二水合醋酸锌和九水硝酸铝溶于有机溶剂中形成溶液,使在溶液中醋酸锌浓度在 0.4 ~ 0.7mol/L 之间, [AL/Zn] 的质量比在 1% ~ 5% 之间,将溶液蒸发回流,加热搅拌,将回流后的溶液按总体积的 0.5% ~ 2% 的比例加入稳定剂,在 55°C ~ 75°C 水浴加热;再加入有机试剂定容(有机溶剂和有机试剂体积比为 13 ~ 16 : 1,例如 15 : 1),制得溶胶,震荡后再静置使得溶胶均匀,备用;【以上比例 0.4 ~ 0.7mol/L 和 0.5% ~ 2% 都是相对于总体积的比例,包括有机试剂。】

[0014] 2) 旋涂镀膜:将清洗后的基片和所述溶胶放在台式匀胶机上进行旋涂镀膜,采用 500-1500r/min 转速的低速档滴胶,采用 1000-5000r/min 转速的高速档匀胶;制得湿膜;

[0015] 3) 干燥及预处理:制得的湿膜在 75-100°C 的温度下干燥,以蒸发掉水分和一部分有机物;再将干燥后的所得的薄膜在 250-500°C 的温度下使薄膜中的有机物完全挥发;

[0016] 4) 退火:将预处理后得到的薄膜在 350-700°C 下作退火处理,然后自然冷却至室温。

[0017] 5) 气氛退火:在 1% ~ 5% 氢气和 95% ~ 99% 氮气气氛下,在 400-490°C 温度下对薄膜进行二次退火处理,制得掺铝氧化锌薄膜。

[0018] 所述步骤 1) 中的有机溶剂为乙二醇甲醚、异丙醇;稳定剂为乙醇胺、乙酰丙酮,有机试剂为无水乙醇或甲酰胺。

[0019] 一种高定向纳米棒阵列的制备方法,其特征在于,包括以下步骤,

[0020] 1) 按照上述的掺铝氧化锌薄膜的制备方法制得附着在铟锡氧化物玻璃片上的掺铝氧化锌薄膜,即纳米掺铝氧化锌种子层,备用;

[0021] 2) 用水热法在纳米氧化锌种子层上生长高定向纳米棒阵列;包括以下步骤:

[0022] A) 制备前驱溶液:称取二水合醋酸锌溶解于蒸馏水使二水合醋酸锌在溶液中的浓度为 0.01 ~ 0.05mol/L,按 [AL/Zn] 质量比为 1% ~ 5% 的比例称取九水硝酸铝溶解于蒸馏水中,混合上述两种溶液,按 20g/L ~ 35g/L 的比例加入六次甲基四胺,按混合溶液总体积的 0.5% ~ 3% 的比例加入表面活性剂聚乙烯亚胺或聚马来酰亚胺,搅拌均匀,制得前驱溶液;

[0023] B) 反应:用蒸馏水清洗铟锡氧化物玻璃片上的纳米掺铝氧化锌种子层,然后放

入水热反应釜中；往反应釜内倒入前驱溶液，密封反应釜；将反应釜置于真空干燥箱中在 90℃ -95℃ 温度下进行水热反应；

[0024] C) 分离和干燥：反应完毕待反应釜冷却后，取出铟锡氧化物玻璃片，用蒸馏水冲洗，此时铟锡氧化物玻璃片上附着高定向掺铝氧化锌纳米棒阵列；用离心机分离出反应溶液制得高定向掺铝氧化锌纳米粉末，再用蒸馏水清洗粉末；将所得粉末干燥后即得高定向掺铝氧化锌纳米棒阵列。

[0025] 本发明的有益效果如下：

[0026] 本发明采用溶胶凝胶法制备 ZAO 薄膜，采用低温水热法制备窄直径分布、晶体取向高定向的 ZAO 纳米棒阵列。与现有技术相比，原材料来源丰富，价格便宜，由于采用纳米组装技术制备 ZAO 薄膜和合成 ZAO 阵列体系，在分子水平上进行调控合成，可以提高原材料的利用率，降低成本，简化制备工艺，便于化学计量控制前驱体溶液，容易修改成份，从分子设计水平控制材料的性能与粒度，制备的 ZAO 薄膜比同类现有的薄膜透射率提高 5% 以上，电阻率降低十分之一以上，因此该薄膜具有透光率高，导电性能好等特点。由于在 ZAO 薄膜形成过程中，首先凝胶膜经分解、氧化及固相反应等一系列过程在基片上形成氧化物晶核，表面扩散使核生长形成一系列的多晶小岛，多晶岛与邻近岛结合形成网络，正是由于形成了这种多晶的小岛，使得 ZAO 薄膜表面能降低，因此成膜均匀性好，对衬底附着力强，而且适用于大面积的镀膜和批量生产，由于原材料易得，且价格比铟锡氧化物便宜很多，加之在较低的温度下从溶液中大面积地沉淀出所需要的氧化物涂层，并经热处理成 ZAO 膜，无需真空设备，因而大幅降低了制作成本，简化了工艺，能提高原材料利用率，可从分子设计水平控制材料的性能与粒度。可广泛用于激光、场发射、光电子器件等领域。

附图说明

[0027] 图 1：本发明工艺流程示意图。

具体实施方式

[0028] 实施例 1：称取二水合醋酸锌 65.853g，九水合硝酸铝 5.418g，将其完全溶于有机溶剂中配成 250 毫升溶液，有机溶剂可以选用乙二醇甲醚，蒸发回流，加热搅拌，在回流后的溶液中加入稳定剂乙醇胺 3.5 毫升，在 60℃ 水浴加热搅拌 1 小时，再加入有机试剂无水乙醇定容至 500 毫升，得透明均质溶胶，溶胶浓度 0.6mol/L，掺杂浓度 [Al/Zn] 在 2.0%；用载玻片作基片，基片应清洗干净，清洗方法为用洗衣粉和自来水洗去基片污点；用 10% NaOH 稀溶液浸泡洗去油污；用重铬酸钾溶液浸泡；用去离子水冲洗；再依次分别用去离子水、甲醛溶液、无水乙醇溶液、丙酮溶液等浸泡，每一种溶液浸泡后分别进行电磁波超声清洗；并反复 3-5 次，将清洗后的玻璃片一直放在无水乙醇或丙酮中储存，涂膜之前在干燥箱中干燥后即刻使用。利用旋转涂覆法成膜，先在 1000r/min 转速下滴胶 15 秒，然后在 3000r/min 转速下匀胶 20 秒【专业术语，匀胶：即在高速旋转的基片上，滴注各类胶液，利用离心力使滴在基片上的胶液均匀地涂覆在基片上；滴胶：即用专用的滴胶设备在基片上均匀地滴注胶液】。100℃ 干燥 10 分钟；然后在 300℃ 预处理 10 分钟；冷却后反复涂膜【这里的反复涂膜不包括上述的干燥和预处理过程】5-10 次；将薄膜在 550℃ 退火 1 小时；最终在 5% 氢气和 95% 氮气气氛下 450℃ 二次退火 1 小时，制得掺铝氧化锌纳米涂膜材料（作为实施例 3

的 ZAO 种子层), 利用此工艺参数制备出的薄膜样品的光电性能在可见光区域的透射率高于 50%, 电阻率低于 $5.0 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ 。该薄膜样品比同类现有的薄膜透射率提高 5% 以上, 电阻率降低十分之一以上。

[0029] 实施例 2: 称取二水合醋酸锌 43.902g, 九水合硝酸铝 5.586g, 将其完全溶于有机溶剂中配成 250 毫升溶液, 有机溶剂可以选用异丙醇, 蒸发回流, 加热搅拌, 在回流后的溶液中加入稳定剂乙酰丙酮 4.5 毫升, 在 70°C 水浴加热搅拌 1 小时, 再加入有机试剂甲酰胺定容至 500 毫升, 得透明均质溶胶, 溶胶浓度 0.4mol/L, 掺杂浓度 [Al/Zn] 3.1%; 用载玻片作基片, 基片应清洗干净, 清洗方法同实施例 1。利用旋转涂覆法成膜, 先在 1000r/min 转速下滴胶 20 秒, 然后在 3000r/min 转速下匀胶 25 秒。100°C 干燥 10 分钟; 然后在 300°C 预处理 10 分钟; 冷却后反复涂膜 5-10 次; 将薄膜在 600°C 退火 1 小时; 最终在 5% 氢气和 95% 氮气气氛下 450°C 二次退火 1 小时, 制得掺铝氧化锌纳米涂膜材料 (作为实施例 4 的 ZAO 种子层)。利用此工艺参数制备出的薄膜样品的光电性能在可见光区域的透射率高于 89%, 电阻率低于 $5.3 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ 。

[0030] 实施例 3: 采用实施例 1 的方法制备掺铝氧化锌 (ZAO) 种子层使其附着在涂有铟锡氧化物 (ITO) 的玻璃片上, 分别称取二水合醋酸锌 2.195g 和九水合硝酸铝 0.1806g, 分别溶解于蒸馏水中, 再混合两种溶液, 加入 15g 六次甲基四胺, 加入表面活性剂聚乙烯亚胺 8 毫升, 搅拌均匀, 定容至 500 毫升、搅拌均匀得前驱溶液。用蒸馏水反复清洗 ZAO 种子层, 然后倾斜放入水热反应釜中; 往反应釜内倒入前驱溶液至容积的 60%, 密封反应釜; 把反应釜置于真空干燥箱中 95°C 进行水热反应, 反应时间为 6h; 反应完毕待反应釜冷却后, 取出 ITO 玻璃片, 用蒸馏水反复冲洗; 用离心机分离反应溶液, 再用蒸馏水清洗 5 次得粉末; 将玻璃片和粉末置于 65°C 的恒温箱中干燥, 制备出直径在 45-55nm、高度 C 轴取向的 ZAO 纳米棒阵列及其粉末。

[0031] 实施例 4: 采用实施例 2 的方法制备掺铝氧化锌 (ZAO) 种子层使其附着在涂有铟锡氧化物 (ITO) 的玻璃片上; 分别称取二水合醋酸锌 5.488g 和九水合硝酸铝 0.469g, 分别溶解于蒸馏水中, 再混合两种溶液, 加入 20g 六次甲基四胺, 加入表面活性剂聚马来酰亚胺 8 毫升, 搅拌均匀, 定容至 500 毫升、搅拌均匀得前驱溶液。用蒸馏水反复清洗 ZAO 种子层, 然后倾斜放入水热反应釜中; 往反应釜内倒入前驱溶液至容积的 70%, 密封反应釜; 把反应釜置于真空干燥箱中 95°C 进行水热反应, 反应时间为 6h; 反应完毕待反应釜冷却后, 取出 ITO 玻璃片, 用蒸馏水反复冲洗; 采用真空抽滤的方法分离反应溶液, 再用蒸馏水清洗 5 次得粉末; 将玻璃片和粉末置于 65°C 的恒温箱中干燥, 制得直径在 50-60nm、高度 C 轴取向的 ZAO 纳米棒阵列及其粉末。

[0032] 实施例 5: 称取二水合醋酸锌 32.927g, 九水合硝酸铝 1.128g, 将其完全溶于有机溶剂中配成 250 毫升溶液, 有机溶剂可以选用乙二醇甲醚, 蒸发回流, 加热搅拌, 在回流后的溶液中加入稳定剂乙醇胺 5.5 毫升, 在 70°C 水浴加热搅拌 1 小时, 再加入有机试剂无水乙醇定容至 500 毫升, 得透明均质溶胶, 溶胶浓度 0.3mol/L, 掺杂浓度 [Al/Zn] 在 0.62%; 用载玻片作基片, 基片应清洗干净, 清洗方法同实施例 1。利用旋转涂覆法成膜, 先在 1000r/min 转速下滴胶 15 秒, 然后在 3000r/min 转速下匀胶 20 秒。在 90°C 温度下干燥 10 分钟; 然后在 350°C 预处理 10 分钟; 冷却后反复涂膜 5-10 次; 将薄膜在 500°C 退火 1 小时; 最终在 2% 氢气和 98% 氮气气氛和 400°C 温度下二次退火 1 小时, 制得掺铝氧化锌纳米涂

膜材料,利用此工艺参数制备出的薄膜样品在可见光区域的透射率高于 88%,电阻率低于 $5.3 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ 。

[0033] 实施例 6:称取二水合醋酸锌 21.954g,九水合硝酸铝 3.613g,将其完全溶于有机溶剂中配成 250 毫升溶液,有机溶剂可以选用异丙醇,蒸发回流,加热搅拌,在回流后的溶液中加入稳定剂乙酰丙酮 4.0 毫升,在 55℃水浴加热搅拌 1 小时,得透明均质溶胶,溶胶浓度 0.2mol/L,掺杂浓度 [Al/Zn]4.0%;用载玻片作基片,基片应清洗干净,清洗方法同实施例 1。利用旋转涂覆法成膜,先在 1000r/min 转速下滴胶 25 秒,然后在 3000r/min 转速下匀胶 30 秒。100℃干燥 10 分钟;然后在 300℃预处理 15 分钟;冷却后反复涂膜 5-10 次;将薄膜在 450℃退火 1 小时;最终在 3%氢气和 97%氮气气氛下 430℃二次退火 1 小时,制得掺铝氧化锌纳米涂膜材料。利用此工艺参数制备出的薄膜样品在可见光区域的透射率高于 88%,电阻率低于 $5.4 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ 。

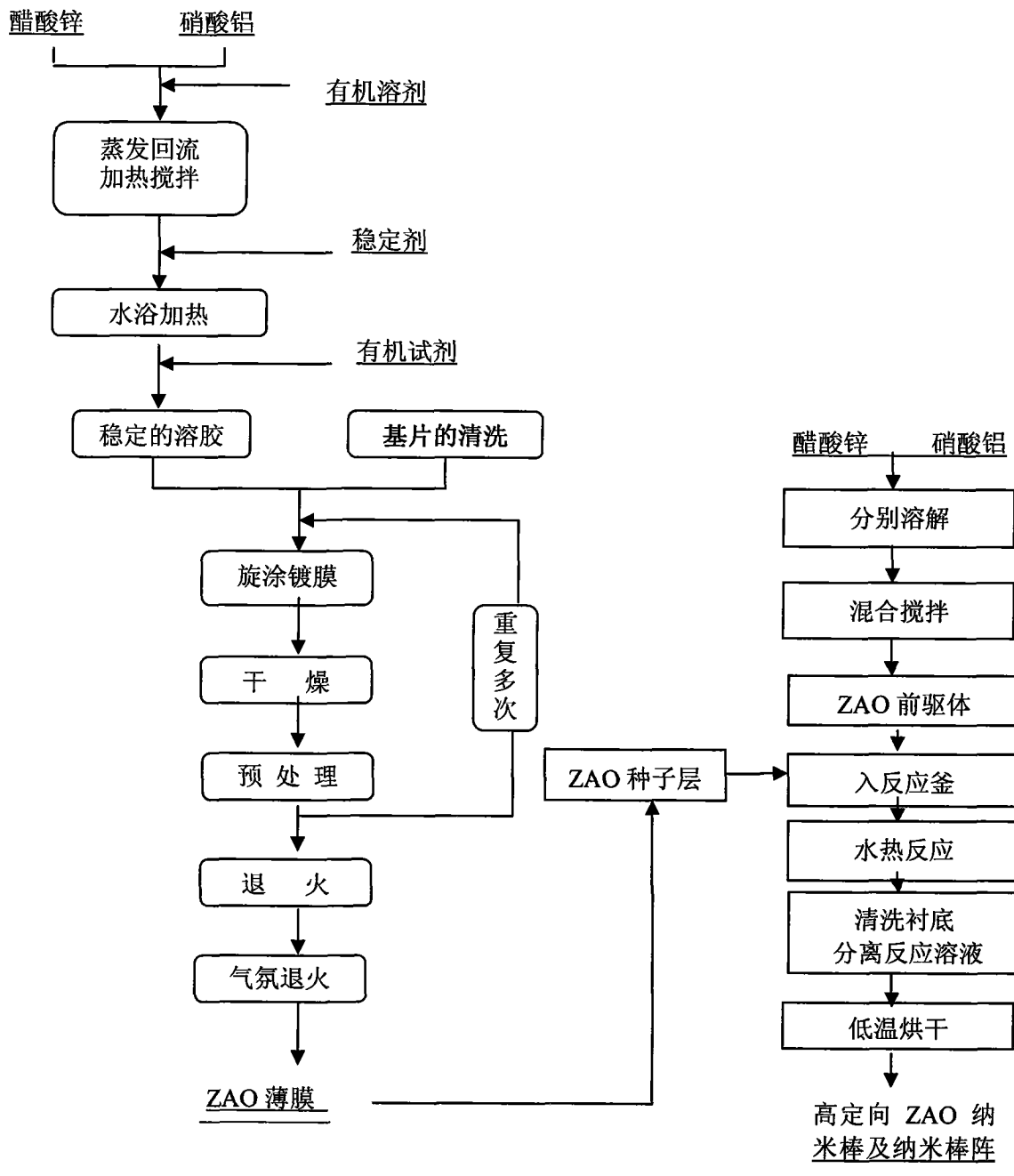


图 1