

# 發明專利說明書

※申請案號：100109848

※IPC分類：C01G 9/02

## 一、發明名稱：

以微波水熱法合成氧化鋅奈米柱之方法

Method for synthesizing Zinc oxide nanorods with a microwave

## 二、中文發明摘要：

本發明揭露一種合成氧化鋅奈米柱之方法，包含下列步驟：提供一基板；以超音波震盪清洗該基板；將該基板以及一鋅金屬鹽與一有機鹼混合於一微波容器罐中，以進行一微波水熱法合成一氧化鋅奈米柱；以一去離子水清洗該基板；以及將基板置於一高溫爐中並通入一氮氣以完成氧化鋅奈米柱之製備。

## 三、英文發明摘要：

The present invention discloses a method for synthesizing Zinc oxide nanorods with a microwave hydrothermal method, comprising the following steps of: providing a substrate; cleaning the substrate with ultrasonic vibrations; placing the substrate and a mixed solution which comprises zinc salts and a base reagent into a microwave container, wherein zinc oxide nanorods are synthesized in a microwave hydrothermal condition; cleaning the substrate with a deionized (DI) water; and placing the substrate in a high temperature furnace with nitrogen gas to complete the synthesis of the zinc oxide nanorods.

## 四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第1圖

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

S10-S50...步驟

## 五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

## 六、發明說明：

### 【發明所屬之技術領域】

[0001] 本發明係揭露一種氧化鋅奈米柱之合成方法，特別是指以微波水熱法合成氧化鋅奈米柱之方法。

### 【先前技術】

[0002] 氧化鋅係為一種六角柱形狀之半導體，其晶格結構係為纖鋅礦(wurtzite)結構，而纖鋅礦結構實為兩個交互穿插之六方最密堆積結構，因而使得氧化鋅易於被用於製作光電元件，且氧化鋅與現階段積體電路之製程相容性高，故使氧化鋅之應用性價值亦提高。再者，氧化鋅具有陡峭紫外光光譜激發與高激子(exciton)束縛能之特性，室溫下之熱擾動將無法使氧化鋅激子分離成為自由電子與自由電洞，因此氧化鋅激子可在室溫下存在，故在室溫下將具有更多激子放射，因而有助於氧化鋅在高效率光電元件之應用。

[0003] 目前，常見的氧化鋅奈米柱之成長方法包含：化學氣相傳導法、物理沉積法以及水熱合成法，但，化學氣相傳導法製程繁雜，物理沉積法則需要在高真空狀態下反應而需要昂貴的設備。而水熱合成法為利用水當介質，並提光較高之反應溫度，以提供成分離子較大的移動活性，藉以重新排列成特定的結晶。水熱合成法製程較化學氣相傳導法雖相對容易，以及較物理沉積法所需設備相對簡易，但水熱合成法需要長時間反應，反應所需時間約為六至二十四小時。因此，如何發展一簡單、方便之技術來製成氧化鋅奈米柱，以提高氧化鋅奈米柱應用上的便利性，乃目前產業界極欲發展的技術重點。

### 【發明內容】

[0004] 有鑑於此，本發明之目的就是在提供一種氧化鋅奈米柱之製程方法，以改善上述習知技術問題。

[0005] 依據上述之目的，本發明提供一種氧化鋅奈米柱之合成方法以改善習知水熱合成法所需之長時間反應外，並製造高性能之氧化鋅奈米柱，使氧化鋅奈米柱具有良好的材料穩定性以及提高氧化鋅奈米柱之表面積以增加氧化鋅奈米柱之吸附性。此外，本發明之氧化鋅奈米柱之合成方法亦可用於合成氧化鋅奈米柱之類之氧化鋅奈米結構。

[0006] 本發明揭露一種合成氧化鋅奈米柱之方法，包含下列步驟：提供一基板；以超音波震盪清洗該基板於一丙酮溶液中；將該基板以及一鋅金屬鹽與一有機鹼於一微波容器罐中，以進行一微波水熱法合成一氧化鋅奈米柱；以一去離子水清洗該基板；以及將基板置於一高溫爐中並通入一氮氣以完成氧化鋅奈米柱之製備。

[0007] 承上所述，依本發明揭露之微波水熱法合成氧化鋅奈米柱之方法，其可具有一或多個下述優點：

[0008] (1)以微波水熱法合成氧化鋅奈米柱之反應效率較習知水熱合成法高，即氧化鋅奈米柱合成之反應速率快，而氧化鋅在基板所需之沈積時間短暫。

- [0009] (2)利用微波水熱法以微波之方式提供熱能，在低溫條件下，可合成準直性與均勻性佳之氧化鋅奈米柱。
- [0010] (3)以微波水熱法合成氧化鋅奈米柱之比表面積大，可提高氧化鋅奈米柱之表面吸附性以及吸附量進而提高應用性，例如提升染料光敏太陽能電池之光電能量轉換效率。
- [0011] 為讓本發明之上述和其他目的、特徵和優點能更明顯易懂，下文特舉較佳實施例，並配合所附圖式，作詳細說明如下。
- 【實施方式】**
- [0015] 以下將參照相關圖式，說明依本發明較佳實施例之，為使便於理解，下述實施例中之相同元件係微波水熱法合成氧化鋅奈米柱之方法以相同之符號標示來說明。
- [0016] 第1圖為本發明之微波水熱法合成氧化鋅奈米柱之第一實施例之流程圖，如第1圖所繪示，首先，步驟S10提供一基板，基板係為透明基板或透明導電基板，例如為玻璃、氧化鋁、銻錫氧化物、塑膠或合成樹脂等。接著，步驟S20於丙酮溶液中以及去離子水中以超音波震盪之方式清洗基板，將可去除基板上之雜質，以利氧化鋅之沉積。
- [0017] 承接上述，步驟S30將基板以及醋酸鋅與六甲基四胺之混合溶液置於微波容器罐中，以進行微波水熱法合成氧化鋅奈米柱。其中，醋酸鋅亦可以硝酸鋅、磷酸鋅或含有鋅之金屬鹽類取代；而六甲基四胺則可以胺類有機鹼進行替代。其中，微波水熱法之微波功率係介於150瓦至250瓦間，微波水熱法之反應溫度約介於60°C至90°C之範圍，以及微波水熱法之反應時間約為60分鐘內。本發明之微波水熱法之一較佳狀態係為：微波功率係設定為200瓦，微波水熱法之反應溫度係控制為70°C，以及反應之反應時間約為60分鐘，將能合成長度約為1.5μm之氧化鋅奈米柱。
- [0018] 接著，步驟S40以去離子水清洗基板以及S50將基板置於高溫爐中，並通入氮氣以進行熱處理，以完成去除雜質以及去除水分之處理。其中，高溫爐溫度約為300°C，熱處理時間約為30分鐘。至此，完成本發明之氧化鋅奈米柱之合成方法，並得到具規則排列氧化鋅奈米柱結構，其掃描式電子顯微鏡照片，如第2圖所示。
- [0019] 此外，藉由本發明之微波水熱法合成氧化鋅奈米柱之原理，亦可得知利用微波之特性，使電場來回變化，以及藉由水分子的電偶極在電場變化中，來回轉動以提供合成氧化鋅奈米柱之所需能量。其中，本發明之微波水熱法之反應溫度約介於60°C至90°C之範圍，微波功率係介於150瓦至250瓦之間，其中，較佳之微波功率係設定為200瓦，以及反應時間約為60分鐘內。藉由上述之方式，將能得到具規則排列以及具有高比表面積之氧化鋅奈米柱。
- [0020] 雖然本發明已以較佳實施例揭露如上，然其並非用以限定本發明，任何熟習此技藝者，在不脫離本發明之精神和範圍內，當可作些許之更動與潤飾，因此本發明之保護範圍當視後附之申請專利範圍所界定者為準。

**【圖式簡單說明】**

- [0013] 第1圖為本發明之微波水熱法合成氧化鋅奈米柱之第一實施例之流程圖。
- [0014] 第2圖為本發明之氧化鋅奈米柱之掃描式電子顯微鏡(scanning electron microscope; SEM)截面圖。

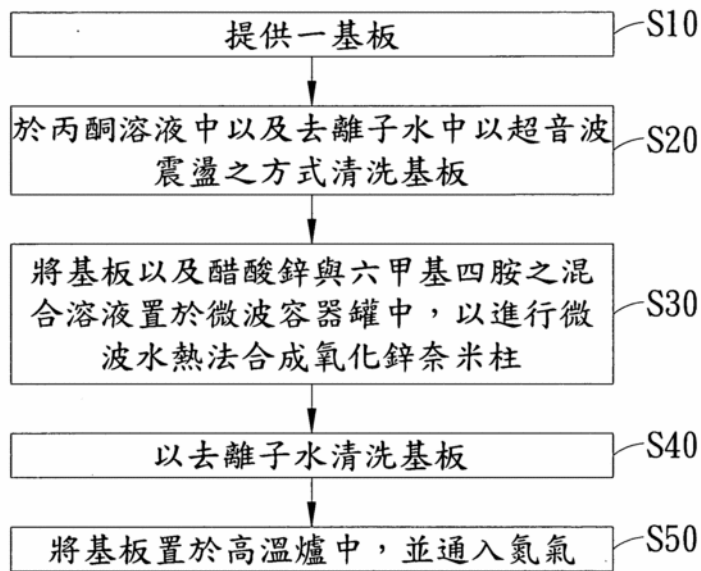
**【主要元件符號說明】**

- [0012] S10~S50 . . . 步驟

**七、申請專利範圍：**

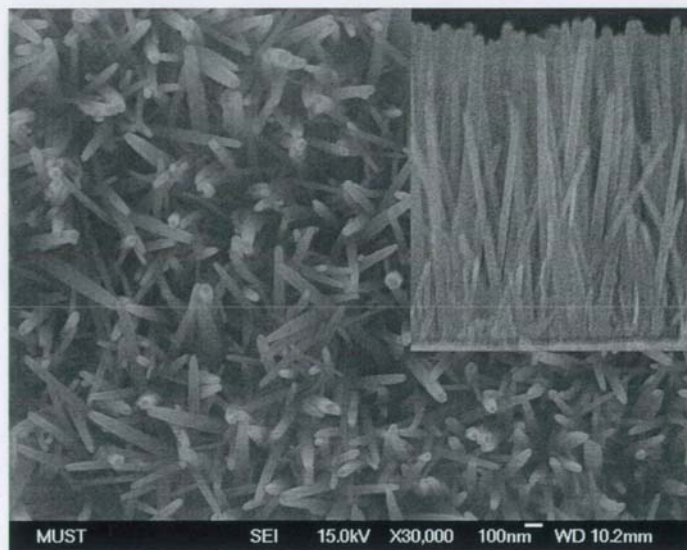
1. 一種合成氧化鋅奈米柱之方法，係由下列步驟所組成：提供一基板；將該基板作一第一次清洗；將該基板以及一鋅金屬鹽與一有機鹼混合並進行一微波水熱法合成一氧化鋅奈米柱於該基板上，其中該微波水熱法之微波功率係為200瓦；將該基板作一第二次清洗；以及對該基板進行一熱處理。
2. 如申請專利範圍第1項所述之合成氧化鋅奈米柱之方法，其中該第一次清洗係以超音波震盪之方式清洗。
3. 如申請專利範圍第2項所述之合成氧化鋅奈米柱之方法，其中該第一次清洗係依序分別以一丙酮溶液以及一去離子水溶液作清洗溶劑。
4. 如申請專利範圍第1項所述之合成氧化鋅奈米柱之方法，其中該基板係為透明基板或透明導電基板。
5. 如申請專利範圍第4項所述之合成氧化鋅奈米柱之方法，其中該基板係為玻璃、氧化鋁、銻錫氧化物、塑膠或合成樹脂。
6. 如申請專利範圍第1項所述之合成氧化鋅奈米柱之方法，其中該鋅金屬鹽係為硝酸鋅、醋酸鋅、磷酸鋅或含有鋅之金屬鹽類。
7. 如申請專利範圍第1項所述之合成氧化鋅奈米柱之方法，其中該有機鹼係為胺類有機鹼。
8. 如申請專利範圍第1項所述之合成氧化鋅奈米柱之方法，其中該微波水熱法之反應時間係為60分鐘以內。
9. 如申請專利範圍第1項所述之合成氧化鋅奈米柱之方法，其中該微波水熱法之反應溫度係為60°C至90°C。
10. 如申請專利範圍第1項所述之合成氧化鋅奈米柱之方法，其中該氧化鋅奈米柱之長度係為1.5μm。
11. 如申請專利範圍第1項所述之合成氧化鋅奈米柱之方法，其中該熱處理係為將該基板置於一高溫爐中並通入一氮氣。
12. 如申請專利範圍第10項所述之合成氧化鋅奈米柱之方法，其中該高溫爐之溫度係為300°C。

**八、圖式：**



第 1 圖

第1圖



第 2 圖

第2圖