



## [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200410010619.7

[43] 公开日 2004年12月22日

[11] 公开号 CN 1556028A

[22] 申请日 2004.1.9

[21] 申请号 200410010619.7

[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所  
地址 130022 吉林省长春市人民大街 5625 号

[72] 发明人 王 强 蒋世春 安立佳 姜炳政

权利要求书 1 页 说明书 6 页

[54] 发明名称 硫化镉纳米棒的合成方法

[57] 摘要

本发明属于模板法合成半导体纳米棒的方法。本发明以三甲基十六烷基溴化胺的胶束水溶液为模板，采用氯化镉和硫代乙酰胺为原料，利用硫代乙酰胺在该体系环境内不与氯化镉反应的特点，首先使其与氯化镉在胶束溶液中充分混合，然后在逐滴加入与反应物同摩尔数的氢氧化钠溶液的条件下使硫代乙酰胺释放出的硫离子与氯化镉反应成核并逐渐生长成棒。这些纳米棒可在紫外灯下发蓝光。

1、一种硫化镉纳米棒的合成方法，首先制备含 0.06-1.0 M 三甲基十六烷基溴化胺的胶束水溶液，各取同摩尔浓度的 20 ml 该溶液分别装入 A、B 两个容器，并在 A、B 两容器分别加入 0.114-0.32g 氯化镉和 0.038-0.11g 硫代乙酰胺，制得含 0.025-0.07 M 氯化镉的存储溶液 A 和含 0.025-0.07 M 硫代乙酰胺的存储溶液 B；将 2 ml 存储溶液 A 和与 A 同摩尔浓度的 2 ml 存储溶液 B 与 0.2 或 0.3 ml 环己烷混合，并在超声下震荡 10 分钟，然后在继续的超声作用下逐滴加入约 1.25 M 的氢氧化钠 0.04-0.11 ml，加毕后继续超声作用 10 分钟，得黄色胶体溶液，加入甲醇得黄色 CdS 纳米棒沉淀。

## 硫化镉纳米棒的合成方法

### 技术领域

本发明属于模板法合成半导体纳米棒的方法。

### 背景技术

近年来的研究表明，纳米材料具有不同于本体材料的性质，而这些性质又依赖于纳米材料的尺寸和形貌。所以，不同形貌和尺寸的纳米材料的合成成为目前研究的焦点。一维半导体纳米材料由于在纳米器件的研制中具有潜在的应用前景而被受关注。作为重要的半导体材料，一维的 CdS 纳米材料可在太阳能电池、非线性光学以及光电子器件等领域具有重要的应用。而以纳米棒为基础的不同形貌的纳米材料在纳米器件的研制及催化领域中可能具有不同的用途，所以越来越引起人们的重视。例如，A. P. Alivisatos 的研究小组通过金属有机化合物前驱体的热分解合成了泪滴形、箭头形和四臂棒形的 CdSe 纳米晶 (J. Am. Chem. Soc. 2000, 122, 12700); J. Cheon 研究小组在单一表面活性剂存在下通过单一前驱体的热分解分别获得了多臂 CdS (J. Am. Chem. Soc. 2001, 123, 5150) 和 MnS (J. Am. Chem. Soc. 2002, 124, 615) 纳米材料; 最近, D. Zhao 的研究小组通过溶剂热方法也获得了多臂的 CdS 纳米棒 (Adv. Mater. 2002, 14, 1537)。而上述这些方法要么成本较高, 要么安全性较差, 均不利于工业生产和环境的保护。到目前为止, 室温下制备多臂 CdS 纳米棒的方法却很少见报道。

## 发明内容

本发明的目的是提供一种硫化镉纳米棒的合成方法。

本发明主要过程是先制备含氯化镉的三甲基十六烷基溴化胺胶束水溶液和相同摩尔浓度含硫代乙酰胺的三甲基十六烷基溴化胺胶束水溶液作为两个备用溶液，并将二者等体积连同微量环己烷在超声作用下充分混合，然后在超声作用下逐滴加入与反应物同摩尔数的氢氧化钠溶液，即可生成含单臂和多臂硫化镉纳米棒的黄色产物。本发明采用氯化镉和硫代乙酰胺为原料，利用硫代乙酰胺在该体系环境内不与氯化镉反应的特点，首先使其与氯化镉在胶束溶液中充分混合，然后在逐滴加入与反应物同摩尔数的氢氧化钠溶液的条件下使硫代乙酰胺释放出的硫离子与氯化镉反应成核并逐渐生长成棒。对 CdS 晶体来说，六方结构的 (00 $\bar{1}$ ) 面比其它面的生长速度快很多，大约快 100 倍，而且也较立方结构的 (111) 面活泼得多；另外，在较低温度下硫化镉易于生成立方结构的晶核，所以，在一定取向的棒状胶束诱导下，一旦在立方结构晶核的 (111) 面上生长了六方结构的 (00 $\bar{1}$ ) 面，CdS 纳米棒就会沿 [00 $\bar{1}$ ] 方向迅速形成，从而形成了以立方结构的晶核为中心的多臂纳米棒。

本发明在室温下通过改变环己烷的数量得到纵横比不同的多臂硫化镉纳米棒。首先制备含 0.06-1.0 M 三甲基十六烷基溴化胺的胶束水溶液，各取同摩尔浓度的 20 ml 该溶液分别装入 A、B 两个容器，并在 A、B 两容器分别加入 0.114-0.32g 氯化镉和 0.038-0.11g 硫代乙酰胺，制得含 0.025-0.07 M 氯化镉的存储溶液 A 和含 0.025-0.07 M 硫代乙酰胺的存储溶液 B；将 2 ml 存储溶液 A 和与 A 同摩尔浓度的 2 ml 存储溶液 B 与 0.2 或 0.3 ml 环己烷混合，并在超声下震荡 10 分钟，然后在继续的超

声作用下逐滴加入约 1.25 M 的氢氧化钠 0.04-0.11 ml (至少 5 分钟), 加毕后继续超声作用 10 分钟, 得黄色胶体溶液, 加入甲醇得黄色 CdS 纳米棒沉淀。这种尺寸可控的合成方法有利于在未来的纳米器件的研制中可根据需要选择不同尺寸的 CdS 纳米棒。

#### 具体实施方式

##### 实施例 1:

首先制备含 0.06 M 三甲基十六烷基溴化胺的胶束水溶液 100 ml, 各取 20 ml 该溶液分别装入 A、B 两个容器, 并在 A、B 两容器分别加入 0.114g 氯化镉和 0.038g 硫代乙酰胺, 制得含 0.025 M 氯化镉的存储溶液 A 和含 0.025 M 硫代乙酰胺的存储溶液 B。将 2 ml 存储溶液 A 和 2 ml 存储溶液 B 与 0.2 ml 环己烷混合, 并在超声下震荡 10 分钟, 然后在继续的超声作用下逐滴加入约 1.25 M 的氢氧化钠 0.04 ml, 加毕后继续超声作用 10 分钟, 得黄色胶体溶液, 加入甲醇得黄色沉淀。该沉淀为平均直径约 41 nm、纵横比约 8 的单臂和多臂 CdS 纳米棒的混合物。该沉淀的甲苯溶液在紫外灯下发蓝光。

##### 实施例 2:

首先制备含 0.08 M 三甲基十六烷基溴化胺的胶束水溶液 100 ml, 各取 20 ml 该溶液分别装入 A、B 两个容器, 并在 A、B 两容器分别加入 0.114g 氯化镉和 0.038g 硫代乙酰胺, 制得含 0.025 M 氯化镉的存储溶液 A 和含 0.025 M 硫代乙酰胺的存储溶液 B。将 2 ml 存储溶液 A 和 2 ml 存储溶液 B 与 0.2 ml 环己烷混合, 并在超声下震荡 10 分钟, 然后在继续的超声作用下逐滴加入约 1.25 M 的氢氧化钠 0.04 ml (大约需要 5 分钟), 加毕后继续超声作用 10 分钟, 得黄色胶体溶液, 加入甲醇得黄色

沉淀。该沉淀为平均直径约 45 nm、纵横比约 7 的单臂和多臂 CdS 纳米棒的混合物。该沉淀的甲苯溶液在紫外灯下发蓝光。

#### 实施例 3:

首先制备含 0.08 M 三甲基十六烷基溴化胺的胶束水溶液 100 ml, 各取 20 ml 该溶液分别装入 A、B 两个容器, 并在 A、B 两容器分别加入 0.114g 氯化镉和 0.038g 硫代乙酰胺, 制得含 0.025 M 氯化镉的存储溶液 A 和含 0.025 M 硫代乙酰胺的存储溶液 B。将 2 ml 存储溶液 A 和 2 ml 存储溶液 B 与 0.3 ml 环己烷混合, 并在超声下震荡 10 分钟, 然后在继续的超声作用下逐滴加入约 1.25 M 的氢氧化钠 0.04 ml (大约需要 5 分钟), 加毕后继续超声作用 10 分钟, 得黄色胶体溶液, 加入甲醇得黄色沉淀。该沉淀为平均直径约 35 nm、纵横比约 25 的单臂和多臂 CdS 纳米棒的混合物。该沉淀的甲苯溶液在紫外灯下发蓝光。

#### 实施例 4:

首先制备含 0.08 M 三甲基十六烷基溴化胺的胶束水溶液 100 ml, 各取 20 ml 该溶液分别装入 A、B 两个容器, 并在 A、B 两容器分别加入 0.228g 氯化镉和 0.075g 硫代乙酰胺, 制得含 0.05 M 氯化镉的存储溶液 A 和含 0.05 M 硫代乙酰胺的存储溶液 B。将 2 ml 存储溶液 A 和 2 ml 存储溶液 B 与 0.3 ml 环己烷混合, 并在超声下震荡 10 分钟, 然后在继续的超声作用下逐滴加入约 1.25 M 的氢氧化钠 0.08 ml (大约需要 10 分钟), 加毕后继续超声作用 10 分钟, 得黄色胶体溶液, 加入甲醇得黄色沉淀。该沉淀为平均直径约 33 nm、纵横比约 27 的单臂和多臂 CdS 纳米棒的混合物。该沉淀的甲苯溶液在紫外灯下发蓝光。

#### 实施例 5:

首先制备含 0.10 M 三甲基十六烷基溴化胺的胶束水溶液 100 ml，各取 20 ml 该溶液分别装入 A、B 两个容器，并在 A、B 两容器分别加入 0.114g 氯化镉和 0.038g 硫代乙酰胺，制得含 0.025 M 氯化镉的存储溶液 A 和含 0.025 M 硫代乙酰胺的存储溶液 B。将 2 ml 存储溶液 A 和 2 ml 存储溶液 B 与 0.2 ml 环己烷混合，并在超声下震荡 10 分钟，然后在继续的超声作用下逐滴加入约 1.25 M 的氢氧化钠 0.04 ml（大约需要 5 分钟），加毕后继续超声作用 10 分钟，得黄色胶体溶液，加入甲醇得黄色沉淀。该沉淀为平均直径约 40 nm、纵横比约 7 的单臂和多臂 CdS 纳米棒的混合物。该沉淀的甲苯溶液在紫外灯下发蓝光。

#### 实施例 6:

首先制备含 0.10 M 三甲基十六烷基溴化胺的胶束水溶液 100 ml，各取 20 ml 该溶液分别装入 A、B 两个容器，并在 A、B 两容器分别加入 0.32g 氯化镉和 0.11g 硫代乙酰胺，制得含 0.07 M 氯化镉的存储溶液 A 和含 0.07 M 硫代乙酰胺的存储溶液 B。将 2 ml 存储溶液 A 和 2 ml 存储溶液 B 与 0.2 ml 环己烷混合，并在超声下震荡 10 分钟，然后在继续的超声作用下逐滴加入约 1.25 M 的氢氧化钠 0.11 ml（大约需要 20 分钟），加毕后继续超声作用 10 分钟，得黄色胶体溶液，加入甲醇得黄色沉淀。该沉淀为平均直径约 40 nm、纵横比约 12 的单臂和多臂 CdS 纳米棒的混合物。该沉淀的甲苯溶液在紫外灯下发蓝光。

#### 实施例 7:

首先制备含 0.10 M 三甲基十六烷基溴化胺的胶束水溶液 100 ml，各取 20 ml 该溶液分别装入 A、B 两个容器，并在 A、B 两容器分别加入 0.32g 氯化镉和 0.11g 硫代乙酰胺，制得含 0.07 M 氯化镉的存储溶液 A

---

和含 0.07 M 硫代乙酰胺的存储溶液 B。将 2 ml 存储溶液 A 和 2 ml 存储溶液 B 与 0.3 ml 环己烷混合，并在超声下震荡 10 分钟，然后在继续的超声作用下逐滴加入约 1.25 M 的氢氧化钠 0.11 ml（大约需要 20 分钟），加毕后继续超声作用 10 分钟，得黄色胶体溶液，加入甲醇得黄色沉淀。该沉淀为平均直径约 42 nm、纵横比约 40 的单臂和多臂 CdS 纳米棒的混合物。该沉淀的甲苯溶液在紫外灯下发蓝光。