

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.<sup>7</sup>  
C01B 19/04  
C01G 11/00



## [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200410011169.3

[43] 公开日 2005年3月30日

[11] 公开号 CN 1600679A

[22] 申请日 2004.10.22

[21] 申请号 200410011169.3

[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 聂 伟 姬相玲

权利要求书 1 页 说明书 4 页

[54] 发明名称 碲化镉多臂纳米棒的制备方法

[57] 摘要

本发明属于碲化镉多臂纳米棒的制备方法。采用氧化镉为单体，以十四酸为配体，通过控制纳米晶的成核及生长过程，在 200℃ ~ 220℃ 温度下将碲前体溶液注入到镉前体溶液中，进而在 150 ~ 180℃ 生长温度下合成多臂的纳米棒。制备成本低廉，合成路线简单，环境污染小，更有利于未来大规模的工业化生产及理论上的研究。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1、一种碲化镉多臂纳米棒的制备方法，采用的单体为：氧化镉 CdO 和碲粉 Te；配体为：十四酸 (MA)；表面活性剂为：三辛基氧化磷 (TOPO)；溶剂为：三辛基磷 (TOP)；制备步骤如下：

单体氧化镉与碲粉的重量比为 CdO: Te=1: 3~5: 1，将碲粉溶于三辛基磷中配制成碲前体溶液，碲粉与三辛基磷的重量比为 Te: TOP=1: 30~1: 10；氧化镉与十四酸的重量比为 CdO: MA=1: 7~1: 4，氧化镉与表面活性剂三辛基氧化磷的重量比为 CdO: TOPO=1: 6；先将称量好的氧化镉、十四酸及三辛基氧化磷置于反应瓶中，加热至 200°C~220°C，待混合物熔化后开始搅拌，然后注入配制好的碲前体溶液，反应 2~5 分钟后降温，生长温度为 150~180°C，在此温度下反应 2~6 小时后停止反应，待溶液冷却后以甲苯和甲醇进行洗涤、离心，干燥，制得的碲化镉多臂纳米棒臂的直径为 2~10nm，长度为 15~60 nm。

## 碲化镉多臂纳米棒的制备方法

### 技术领域

本发明属于碲化镉多臂纳米棒的制备方法。

### 背景技术

纳米材料特别是纳米半导体材料的研究被公认为是二十一世纪最有前途的学科之一。作为半导体材料中的成员，由于II—VI族材料（如硒化镉、碲化镉、硫化镉等）具有优异的光学、磁学、电学等性质而被广泛地应用于纳米器件中，因此如何有效地制备和控制不同形状及尺寸的II—VI族纳米材料是近些年来很多研究人员探索的课题。一维纳米材料由于其结构的特殊性，可通过同时改变其直径和长度来控制其物理化学性能，近来成为关注的热点。而更为复杂的一维纳米材料，如多臂纳米棒，由于其在同一个晶体中存在两种或多种晶体结构，这就为拓宽一维纳米材料的应用领域和提高其使用功能提供了机遇。

制备II—VI族纳米材料的方法有很多种，如金属有机方法、模板法、水热法、气相—液相—固相法、反相微乳液法、溶剂加热法等，其中最常用的是金属有机合成方法。但能够制备较为理想的多臂纳米棒的方法极其有限，在2000年，Alivisatos等人用金属有机的方法合成了多臂的硒化镉纳米晶，这个方法必须在无水无氧及高温的条件

( $T=300^{\circ}\text{C}$ )进行。随后,在2003年,这个课题组进一步改进了这个方法,采用了毒性及危险性小的氧化镉为反应单体,而配体采用十八烷基磷酸与三辛基氧化磷协同作用,合成了不同尺寸的碲化镉多臂纳米晶(①Manna, L.; Scher, E. C.; Alivisatos, A. P. *J Am Chem Soc* 2000, 122, 12700; ②Manna, L.; Milliron, D.J.; Meisel, A.; Scher, E.C.; Alivisatos, A. P. *Nature Materials* 2003, 2, 282.)。虽然反应的危险性 & 毒性降低,但采用的磷酸类配体价格昂贵,且反应同样需在高温下( $T=300-360^{\circ}\text{C}$ )进行,不利于工业化生产。

#### 发明内容

本发明的目的是提供一种碲化镉多臂纳米棒的制备方法。

本发明采用注射的方式进行成核,通过控制纳米晶的成核及生长过程,合成了产量高且尺寸分布较均一的碲化镉多臂纳米棒。

本发明中采用的单体为:氧化镉 CdO 和碲粉 Te;配体为:十四酸 (MA);表面活性剂为:三辛基氧化磷 (TOPO);溶剂为:三辛基磷 (TOP)。

制备步骤如下:

单体氧化镉与碲粉的重量比为 CdO: Te=1: 3~5: 1,将碲粉溶于三辛基磷中配制成碲前体溶液,碲粉与三辛基磷的重量比为 Te: TOP=1: 30~1: 10;氧化镉与十四酸的重量比为 CdO: MA=1: 7~1: 4,氧化镉与表面活性剂三辛基氧化磷的重量比为 CdO: TOPO=1: 6;先将称量好的氧化镉、十四酸及三辛基氧化磷置于反应瓶中,加热至  $200^{\circ}\text{C}\sim 220^{\circ}\text{C}$ ,待混合物熔化后开始搅拌,然后注入配制好的碲前体

溶液，反应 2~5 分钟后降温，生长温度为 150~180℃，在此温度下反应 2~6 小时后停止反应，待溶液冷却后以甲苯和甲醇进行洗涤、离心，干燥，制得的碲化镉多臂纳米棒臂的直径为 2~10nm，长度为 15~60 nm。

本发明中采用的原料成本低廉且对环境的污染较小，由于原料对水和氧气均不敏感，故对反应设施的要求简单。

### 具体实施方式

#### 实施例 1:

先称取 0.38g 碲粉，将它溶入 11.4 g 三辛基磷中制成碲前体溶液。然后称取 0.13g 氧化镉，0.91g 十四酸 和 0.78g 三辛基氧化磷置于反应瓶中，在连续搅拌下加热至 220℃，待溶液透明后注入配制好的碲前体溶液，2 分钟后，将温度降至 180℃，2 小时后停止反应，待溶液冷却后加入甲苯及甲醇，进行洗涤、离心，干燥，得碲化镉多臂纳米棒，臂的直径为 6~10nm，长度为 15~20 nm。

#### 实施例 2:

先称取 0.15g 碲粉，将它溶入 4.50 g 三辛基磷中制成碲前体溶液。然后称取 0.75g 氧化镉，3.0g 十四酸 和 4.5g 三辛基氧化磷置于反应瓶中，在连续搅拌下加热至 200℃，待溶液透明后注入配制好的碲前体溶液，3 分钟后，将温度降至 150℃，6 小时后停止反应，待溶液冷却后加入甲苯及甲醇，进行洗涤、离心，干燥，得碲化镉多臂纳米棒，臂的直径为 2~4nm，长度为 45~60 nm。

#### 实施例 3:

先称取 0.41g 碲粉，将它溶入 4.10g 三辛基磷中制成碲前体溶液。然后称取 0.82g 氧化镉，2.05g 十四酸 和 2.46g 三辛基氧化磷置于反应瓶中，在连续搅拌下加热至 210℃，待溶液透明后注入配制好的碲前体溶液，5 分钟后，将温度降至 160℃，3 小时后停止反应，待溶液冷却后加入甲苯及甲醇，进行洗涤、离心，干燥，得碲化镉多臂纳米棒，臂的直径为 3~6nm，长度为 25~40 nm。

#### 实施例 4:

先称取 0.20g 碲粉，将它溶入 4.0 g 三辛基磷中制成碲前体溶液。然后称取 0.20g 氧化镉，1.0g 十四酸 和 1.2g 三辛基氧化磷置于反应瓶中，在连续搅拌下加热至 220℃，待溶液透明后注入配制好的碲前体溶液，5 分钟后，将温度降至 170℃，4 小时后停止反应，待溶液冷却后加入甲苯及甲醇，进行洗涤、离心，干燥，得碲化镉多臂纳米棒，臂的直径为 2~6nm，长度为 20~35 nm。

#### 实施例 5:

先称取 0.64g 碲粉，将它溶入 6.4g 三辛基磷中制成碲前体溶液。然后称取 1.92g 氧化镉，11.52g 十四酸 和 11.52g 三辛基氧化磷置于反应瓶中，在连续搅拌下加热至 220℃，待溶液透明后注入配制好的碲前体溶液，3 分钟后，将温度降至 180℃，3 小时后停止反应，待溶液冷却后加入甲苯及甲醇，进行洗涤、离心，干燥，得碲化镉多臂纳米棒，臂的直径为 2~5nm，长度为 30~50 nm。