



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105506552 B

(45)授权公告日 2017.12.29

(21)申请号 201610028075.X

C23C 14/34(2006.01)

(22)申请日 2016.01.15

C23C 14/58(2006.01)

B82Y 30/00(2011.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105506552 A

审查员 彭春玉

(43)申请公布日 2016.04.20

(73)专利权人 陕西科技大学

地址 710021 陕西省西安市未央区大学园1号

(72)发明人 张麦丽 张方辉 牟强

(74)专利代理机构 西安通大专利代理有限责任公司 61200

代理人 徐文权

(51)Int.Cl.

C23C 14/20(2006.01)

C23C 14/24(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种纳米Sn球的制备方法

(57)摘要

本发明提供一种纳米Sn球的制备方法:1)在基板上涂覆一层松香;2)在涂覆的松香上制备一层Sn膜,得到样片;将样片放置在热处理设备内进行热处理,使Sn膜转变为离散分布在松香上的多个纳米Sn球;3)将热处理后的样片放入无水乙醇中,利用无水乙醇将松香溶化,使纳米Sn球与基板分离;4)经过步骤3)后,用无水乙醇清洗纳米Sn球。本发明制备得到的纳米Sn球发光性能较好,可以作为量子点进行应用;本发明采用固体作为原材料,纳米Sn球的直径大小取决于Sn膜的厚度,且所用试剂廉价、无毒,从而使本发明的制备方法具有操作简单、安全性高的优点。

1. 一种Sn球的制备方法,其特征在于:包括以下步骤:
 - 1) 在基板上涂覆一层松香;
 - 2) 在涂覆的松香上制备一层厚度 $\leq 10\mu\text{m}$ 的Sn膜,得到样片;将样片放置在热处理设备内进行热处理,使Sn膜转变为离散分布在松香上的多个Sn球;
 - 3) 将热处理后的样片放入无水乙醇中,利用无水乙醇将松香溶化,使Sn球与基板分离;
 - 4) 经过步骤3)后,用无水乙醇清洗Sn球。
2. 根据权利要求1所述一种纳米Sn球的制备方法,其特征在于:所述基板材料采用玻璃或塑料。
3. 根据权利要求1所述一种Sn球的制备方法,其特征在于:所述基板在涂覆松香前进行清洗,所述清洗的方法为超声清洗、刷洗或高压水流清洗。
4. 根据权利要求1所述一种Sn球的制备方法,其特征在于:所述松香的涂覆方法为印刷、旋涂或喷墨打印。
5. 根据权利要求1所述一种Sn球的制备方法,其特征在于:所述Sn膜的制备方法采用真空蒸镀或离子溅射。
6. 根据权利要求1所述一种Sn球的制备方法,其特征在于:所述热处理设备采用烘箱或马弗炉。
7. 根据权利要求1所述一种Sn球的制备方法,其特征在于:所述热处理的温度为 $300\sim 400^{\circ}\text{C}$,热处理的时间为 $1\sim 4\text{h}$ 。
8. 根据权利要求1所述一种Sn球的制备方法,其特征在于:所述步骤4)具体包括以下步骤:用无水乙醇对步骤3)分离得到的Sn球反复进行离心清洗,直到去除该Sn球表面的松香。

一种纳米Sn球的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于显示领域,具体涉及一种量子点用的纳米Sn(锡)球的制备方法。

背景技术

[0002] 量子点是由有限数目的原子组成,三个维度尺寸均在纳米数量级。量子点一般为球形或类球形,是由半导体材料制成的、稳定直径在2~20nm的纳米粒子。作为一种新颖的半导体纳米材料,量子点具有许多独特的纳米性质。

[0003] 目前,量子点的制备主要有两种方式:有机相制备和水相制备。有机相制备具有荧光量子产率高、较窄的荧光半峰宽、较好的分散性和稳定性;但存在试剂毒性强、实验成本高、操作安全性低等诸多缺点。水相制备具有试剂无毒、廉价、操作简单等优点,但发光性能较差。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种纳米Sn球的制备方法。

[0005] 为达到上述目的,本发明采用了以下技术方案:

[0006] 1) 在基板上涂覆一层松香;

[0007] 2) 在涂覆的松香上制备一层厚度 $\leq 10\mu\text{m}$ 的Sn膜,得到样片;将样片放置在热处理设备内进行热处理,使Sn膜转变为离散分布在松香上的多个纳米Sn球;

[0008] 3) 将热处理后的样片放入无水乙醇中,利用无水乙醇将松香溶化,使纳米Sn球与基板分离;

[0009] 4) 经过步骤3)后,用无水乙醇清洗纳米Sn球。

[0010] 所述基板材料采用玻璃或塑料。

[0011] 所述基板在涂覆松香前进行清洗,所述清洗的方法为超声清洗、刷洗或高压水流清洗。

[0012] 所述松香的涂覆方法为印刷、旋涂或喷墨打印。

[0013] 所述Sn膜的制备方法采用真空蒸镀或离子溅射。

[0014] 所述热处理设备采用烘箱或马弗炉。

[0015] 所述热处理的温度为200~400℃,热处理的时间为1~4h。

[0016] 所述步骤4)具体包括以下步骤:用无水乙醇对步骤3)分离得到的纳米Sn球反复进行离心清洗,直到去除该纳米Sn球表面的松香。

[0017] 本发明的有益效果体现在:

[0018] 本发明所述纳米Sn球的制备方法制备得到的纳米Sn球发光性能较好,可以作为量子点进行应用;本发明采用固体作为原材料,纳米Sn球的直径大小取决于Sn膜的厚度,且所用试剂(如松香、无水乙醇)廉价、无毒,从而使本发明的制备方法具有操作简单、安全性高的优点。

附图说明

[0019] 图1为本发明所述样片的示意图；

[0020] 图2为本发明所述样片经过热处理后的示意图；

[0021] 图中：1为基板，2为松香，3为Sn膜，4为Sn球。

具体实施方式

[0022] 下面结合附图和实施例对本发明作详细说明。

[0023] 1) 基板清洗：

[0024] 将1英寸的玻璃基板分别采用刷洗、在无水乙醇中超声清洗10min、用纯水超声清洗10min后，待用。刷洗主要是用来清洗基板表面的微粒，无水乙醇中超声清洗主要是为了清洗基板表面的有机物，纯水中超声清洗是为了清洗基板表面残留的乙醇；清洗有利于松香在玻璃表面的铺展，可以得到均匀平整的膜；

[0025] 2) 松香的涂覆：

[0026] 将松香加热软化，然后采用印刷法在玻璃基板1表面上涂敷一层松香2，厚度为1μm；

[0027] 3) Sn膜的制备：

[0028] 待涂敷的松香2自然冷却至室温后，采用真空蒸镀的方法在松香2上制备一层Sn膜3，真空蒸镀的条件为：真空度为 4×10^{-3} Pa，蒸发时电流为100A，蒸发厚度为100nm，最终制备得到的样片结构如图1所示；

[0029] 4) 样片的热处理：

[0030] 采用马弗炉对样片进行热处理，热处理温度为300℃、时间为2h；样片经热处理，使松香表面的Sn熔化，松香没有太大变化，Sn熔化后，由于与松香不浸润，依靠自身的表面张力形成Sn球4，如图2所示；

[0031] 5) Sn球分离：

[0032] 将热处理后的样片放入无水乙醇中（热处理后直接放入或者冷却一段时间后放入都可以），利用无水乙醇将玻璃基板上的松香溶化，使Sn球与玻璃基板剥离，取出玻璃基板，即得到分散有Sn球的松香无水乙醇溶液；

[0033] 6) Sn球清洗：

[0034] 将分散有Sn球的松香无水乙醇溶液进行离心处理，使Sn球在试管底部形成团聚，然后去除上层液体；然后用无水乙醇对Sn球进行10次离心清洗（即用无水乙醇分散，然后离心，弃去上清，反复进行10次），从而去除Sn球表面的松香（显微镜观察）。

[0035] 将上述步骤6)得到的Sn球加入无水乙醇中，经超声分散，形成Sn球无水乙醇分散系；然后按以下步骤进行性能检测：

[0036] 发光性能的检测：采用波长为450nm的蓝光照射本实施例所制备的所有Sn球，可以检测到绿光和红光。

[0037] 粒径的检测：本实施例制备得到的Sn球的粒径为50~120nm，使用时可以根据需要进行筛选，直径较大的Sn球在450nm蓝光照射下可以得到红光，直径较小的Sn球在450nm蓝光照射下可以得到绿光。

[0038] 其他实施例表明,增加Sn膜的厚度(例如,1 μ m左右),则可以得到粒径更大的Sn球(在450nm蓝光照射下得到相应红光),减小Sn膜的厚度,则可以得到粒径更小的Sn球(在450nm蓝光照射下可以得到相应绿光甚至蓝光)。

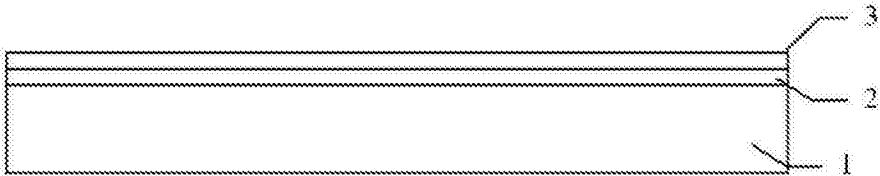


图1

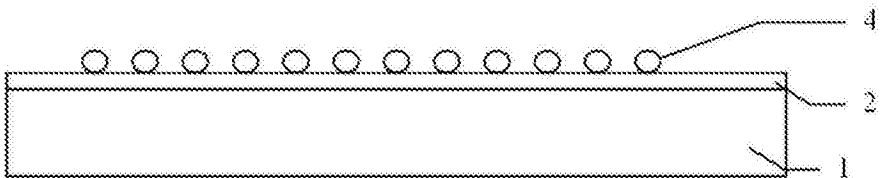


图2