



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102351249 A

(43) 申请公布日 2012. 02. 15

(21) 申请号 201110204454. 7

(22) 申请日 2011. 07. 21

(71) 申请人 华南理工大学

地址 510640 广东省广州市天河区五山路  
381 号

(72) 发明人 刘仲武 钟明龙 邱万奇 钟喜春  
余红雅 焦东玲 曾德长

(74) 专利代理机构 广州市华学知识产权代理有  
限公司 44245

代理人 宫爱鹏

(51) Int. Cl.

*C01G 39/02* (2006. 01)

*B82Y 40/00* (2011. 01)

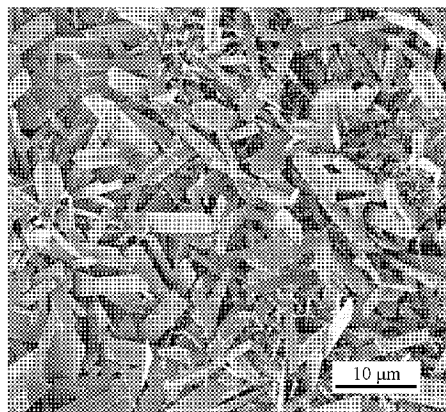
权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 6 页

### (54) 发明名称

一种纳米结构三氧化钼的制备方法

### (57) 摘要

本发明公开了一种纳米结构三氧化钼的制备方法,具体步骤如下:(1)将基片进行清洗并烘干;(2)将钼蒸发源置于电热板加热区,将基片置于钼蒸发源正上方 0.1~5.0mm,开启电热板升温至 200~600℃,保温 0.1~48h;(3)关闭电源,随电热板冷却至室温;取下基片,此时基片表面沉积出的一层白色物质即为三氧化钼。本发明工艺设备简单,成本低廉,制备温度低,适用于不同基片上大面积制备产率高,且制备过程中无需任何催化剂;制备的三氧化钼产物结晶性能良好,无任何杂相。



1. 一种纳米结构三氧化钼的制备方法,具体步骤如下:
  - (1) 将基片进行清洗并烘干;
  - (2) 将钼蒸发源置于电热板加热区,将基片置于钼蒸发源正上方 0.1 ~ 5.0mm,开启电热板升温至 200 ~ 600℃,保温 0.1 ~ 48h;
  - (3) 关闭电源,随电热板冷却至室温;取下基片,此时基片表面沉积出的一层白色物质即为三氧化钼。
2. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,步骤 (1) 中所述基片为硅片、ITO 玻璃或不锈钢片。
3. 根据权利要求 2 所述的制备方法,其特征在于,步骤 (2) 中所述基片位于钼蒸发源正上方 0.2 ~ 2.0mm 处。
4. 根据权利要求 3 所述的制备方法,其特征在于,步骤 (2) 中所述温度为 400 ~ 450℃。
5. 根据权利要求 4 所述的制备方法,其特征在于,步骤 (2) 中所述时间 t 为 24h。
6. 根据权利要求 1 或 2 或 3 或 4 或 5 所述的制备方法,其特征在于,步骤 (2) 中所述钼蒸发源为钼粉、钼片或钼棒。
7. 根据权利要求 6 所述的制备方法,其特征在于,步骤 (2) 中当所述钼蒸发源为钼片、钼棒时,还进行如下预处理,用砂纸打磨以清除蒸发源表面的污染物和氧化层。
8. 根据权利要求 7 所述的制备方法,其特征在于,步骤 (1) 中所述基片的清洗是分别在丙酮、无水乙醇及去离子水中超声清洗。
9. 根据权利要求 8 所述的制备方法,其特征在于,步骤 (1) 中所述超声清洗的时间为 15 分钟。

## 一种纳米结构三氧化钼的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种纳米材料的制备方法,特别涉及层状正交相纳米结构三氧化钼的制备方法。

### 背景技术

[0002] 一维纳米材料如纳米线、纳米带、纳米管等,因其独特的结构而具有一系列优异的磁、光、电、热等特性,在新型纳米器件等方面具有广阔的应用。三氧化钼在已研究的各种电致变色材料中在可见光区具有较平坦的吸收光谱曲线,显示出较三氧化钨更柔和的中性色彩,具有更好的美学效应。它还可以掺入三氧化钨薄膜中,调节三氧化钨薄膜的光谱吸收曲线,改善三氧化钨的视觉美学特性,使其在智能窗变色玻璃等方面具有非常广阔的应用。三氧化钼独特的层状结构也使其在电化学催化、锂离子电池、光致发光、信息显示以及场发射等方面也具有广泛的应用。目前一维三氧化钼的制备方法主要有电化学沉积法、溶胶凝胶法以及气相等。其中电化学沉积及溶胶凝胶法等工艺复杂、步骤繁多、难于获得单相结晶性能好的产物,且制备过程中容易造成污染。我们常见的气相沉积法需要真空环境和其他气氛以及良好的气氛控制系统,且温度一般在 800℃ 以上条件下获得,对设备要求较高,难于大面积获得三氧化钼纳米结构,产率低,限制了三氧化钼的应用。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种设备工艺简单、产率高、成本低廉、适于不同基片上大面积制备纳米结构三氧化钼的方法。

[0004] 本发明的目的通过以下技术方案实现:

[0005] 一种纳米结构三氧化钼的制备方法,采用普通电热板在空气气氛下通过加热钼蒸发源使其蒸发;所蒸发的钼和空气中的氧气反应生成三氧化钼,并在衬底基片上形成层状纳米结构三氧化钼且形成膜;具体步骤如下:

[0006] (1) 将基片进行清洗并烘干;

[0007] (2) 将钼蒸发源置于电热板加热区,将基片置于钼蒸发源正上方 0.1 ~ 5.0mm,开启电热板升温至 200 ~ 600℃,保温 0.1 ~ 48h;

[0008] (3) 关闭电源,随电热板冷却至室温;取下基片,此时基片表面沉积出的一层白色物质即为三氧化钼。

[0009] 优选地,步骤 (1) 中所述基片为硅片、ITO 玻璃或不锈钢片,几何形状不限,面积大小任意。

[0010] 优选地,步骤 (2) 中所述基片位于钼蒸发源正上方 0.2 ~ 2.0mm 处。

[0011] 优选地,步骤 (2) 中所述温度为 400 ~ 450℃。

[0012] 优选地,步骤 (2) 中所述时间 t 为 24h。

[0013] 优选地,步骤 (2) 中所述钼蒸发源为钼粉、钼片或钼棒等各种型材。

[0014] 优选地,步骤 (2) 中所述钼蒸发源为钼片、钼棒时,还进行如下预处理,用砂纸打

磨以清除蒸发源表面的污染物和氧化层。

[0015] 优选地,步骤(1)中所述基片清洗是分别在丙酮、无水乙醇及去离子水中超声清洗。

[0016] 优选地,步骤(1)中所述超声清洗的时间为15分钟。

[0017] 本发明与现有技术相比具有以下优点和效果:

[0018] (1) 本发明制备的三氧化钼产物结晶性能良好,无任何杂相。

[0019] (2) 本发明制备温度低,200℃即可制得,且制备过程中无需任何催化剂。

[0020] (3) 本发明适用于不同基片上大面积制备,且产率高。

[0021] (4) 本发明工艺设备简单,成本低廉,使用普通电热板直接在空气气氛下即可获得。

### 附图说明

[0022] 图1a是硅基片上纳米结构三氧化钼扫描照片;

[0023] 图1b是硅基片上纳米结构三氧化钼X-射线谱;

[0024] 图1c是硅基片上纳米结构三氧化钼拉曼图谱;

[0025] 图1d是硅基片上纳米结构三氧化钼透射电镜照片及相应的电子衍射图;

[0026] 图2a是ITO玻璃基片上纳米结构三氧化钼扫描照片;

[0027] 图2b是ITO玻璃基片上纳米结构三氧化钼X-射线谱;

[0028] 图2c是ITO玻璃基片上纳米结构三氧化钼拉曼图谱;

[0029] 图2d是ITO玻璃基片上纳米结构三氧化钼透射电镜及相应的电子衍射图;

[0030] 图3a是不锈钢基片上纳米结构三氧化钼扫描照片;

[0031] 图3b是不锈钢基片上纳米结构三氧化钼X-射线谱;

[0032] 图3c是不锈钢基片上纳米结构三氧化钼拉曼图谱。

### 具体实施方式

[0033] 本发明采用电热板为加热装置,加热温度分档可调。基于热氧化气相沉积技术在空气气氛下直接加热钼蒸发源在不同基片上沉积纳米结构三氧化钼。下面结合具体实施例对本发明作进一步具体详细描述,但本发明的实施方式不限于此。

[0034] 实施例1

[0035] 硅基片上制备纳米结构三氧化钼的方法,具体步骤如下:

[0036] 1、用硅基片为衬底,用砂纸打磨以清除其表面的污染物和氧化层后分别在丙酮、无水乙醇及去离子水中超声清洗15分钟,并烘干;

[0037] 2、将钼片用砂纸打磨以清除其表面的污染物和氧化层后分别在丙酮和无水乙醇及去离子水中进行超声清洗15分钟并烘干;将钼片置于电热板加热区上,在其正上方0.5mm处放置硅基片;开启电热板加热装置,快速升温至400℃;保温12h;

[0038] 3、关闭电源,电热板缓慢降温自然冷却至室温后取下硅基片,此时可以观察到基片上有一层白色物质生成,该白色物质即为三氧化钼。

[0039] 实施例2

[0040] ITO玻璃基片上制备纳米结构三氧化钼的方法,具体步骤如下:

[0041] 1、用 ITO 玻璃基片为衬底,分别在丙酮、无水乙醇及去离子水中超声清洗 15 分钟并烘干;

[0042] 2、将钼片用砂纸打磨以清除其表面的污染物和氧化层后分别在丙酮、无水乙醇及去离子水中进行超声清洗 15 分钟并烘干;将钼片置于电热板加热区上,在其正上方 0.5mm 处放置 ITO 玻璃基片;开启电热板加热装置,快速升温至 450℃并保温 24h;

[0043] 3、关闭电源,电热板缓慢降温自然冷却至室温后取下硅基片,此时可以观察到基片上有一层白色透明物质生成。

[0044] 实施例 3

[0045] 不锈钢基片上制备纳米结构三氧化钼的方法,具体步骤如下:

[0046] 1、用不锈钢片为衬底,分别在丙酮、无水乙醇及去离子水中超声清洗 15 分钟并烘干;

[0047] 2、将钼片用砂纸打磨以清除其表面的污染物和氧化层后分别在丙酮、无水乙醇及去离子水中进行超声清洗 15 分钟并烘干;将钼片置于电热板加热区上,在其正上方 0.5mm 处放置不锈钢基片;开启电热板加热装置,快速升温至 500℃并保温 24h;

[0048] 3、关闭电源,电热板缓慢降温自然冷却至室温后取下硅基片,此时可以观察到基片上有一层白色物质生成。

[0049] 对于上述 3 个实施例制备的三氧化钼纳米结构,用扫描电镜、X 射线衍射、拉曼光谱、透射电镜等进行表征和分析,以下结合附图做进一步说明。

[0050] 图 1a- 图 1d 是实施例 1 “硅基片上制备纳米结构三氧化钼”中的样品形貌与结构表征和分析结果。从图 1a 的扫描照片中可以看到:纳米结构整体呈长条形,并具有明显的层状结构,其长度为十几微米,宽度为几百纳米到几微米不等,部分纳米结构生长端呈三角形形状;由图 1b 的 X 射线谱可以知道,制备的产物结晶度非常好,具有明显的生长择优生长取向,衍射峰对应为正交结构的三氧化钼,其晶格常数分别为: $a = 0.396\text{nm}$ ,  $b = 1.386\text{nm}$  和  $c = 0.37\text{nm}$ ;通过 Raman 和 TEM 对样品做了进一步的表征,图 1c 的拉曼图谱特征对应于三氧化钼正交结构;图 1d 的透射电镜分析可以看出纳米结构宽度约为 600nm,其顶端尖角约为  $94^\circ$ ,通过相应的选取电子衍射可以看出纳米结构的生长方向为 [001] 方向。

[0051] 图 2a- 图 2d 是实施例 2 “ITO 玻璃基片上制备纳米结构三氧化钼”中的样品形貌与结构表征和分析结果。从图 2a 的扫描照片中可以看到:产物成比较规则的长条形板条状,部分纳米结构具有明显的层状结构,其长度达二十几微米,宽度为几百纳米到几微米;由图 2b 的 X 射线谱可以知道,产物结晶度非常好,从仅有的 (020)、(040) 和 (060) 谱峰可以看出纳米结构具有非常明显的生长择优生长取向,且对应为正交结构的三氧化钼,其晶格常数分别为: $a = 0.396\text{nm}$ ,  $b = 1.386\text{nm}$  和  $c = 0.37\text{nm}$ ;通过拉曼光谱和透射电镜对样品做了进一步的表征,图 2c 的拉曼光谱特征对应于三氧化钼正交结构;图 2d 的透射电镜分析可以看出纳米结构整体呈长条形,边界可以看到明显的分层现象,其宽度约为 200nm,通过相应的选取电子衍射可以看出纳米结构的生长方向为 [001] 方向。

[0052] 图 3a- 图 3c 是实施例 3 “不锈钢基片上制备纳米结构三氧化钼”中的样品形貌与结构表征和分析结果。从图 3a 的扫描照片中可以看到:长条形纳米结构具有明显的层状结构,顶部具有明显的三角形尖端,长度达二十几微米,宽度为几百纳米到几微米不等;由图 3b 的 X 射线谱可以知道,制备的产物结晶度非常好,具有明显的生长择优生长取向,衍射峰

对应为正交结构的三氧化钼,其晶格常数分别为 : $a = 0.396\text{nm}$ , $b = 1.386\text{nm}$ 和 $c = 0.37\text{nm}$  ;  
图 3c 的拉曼光谱特征对应于三氧化钼正交结构。

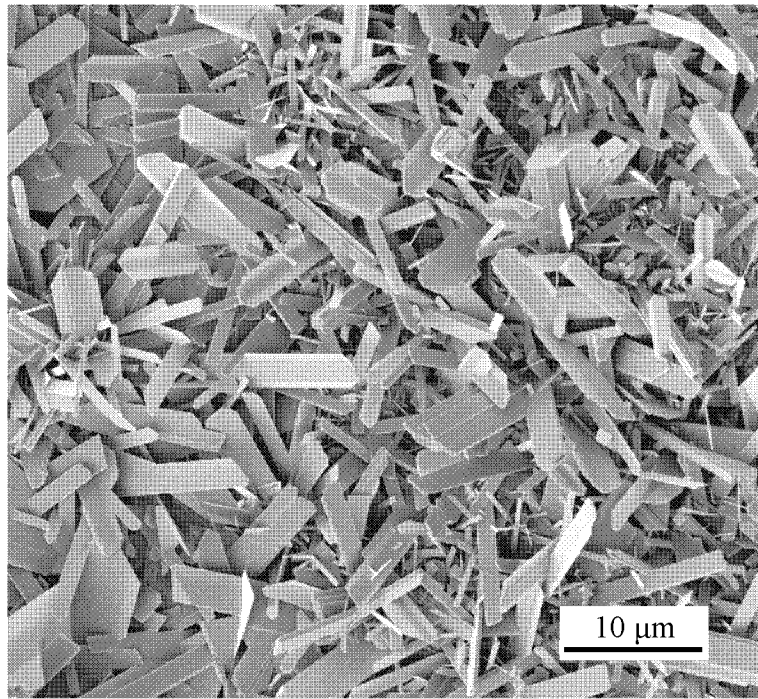


图 1a

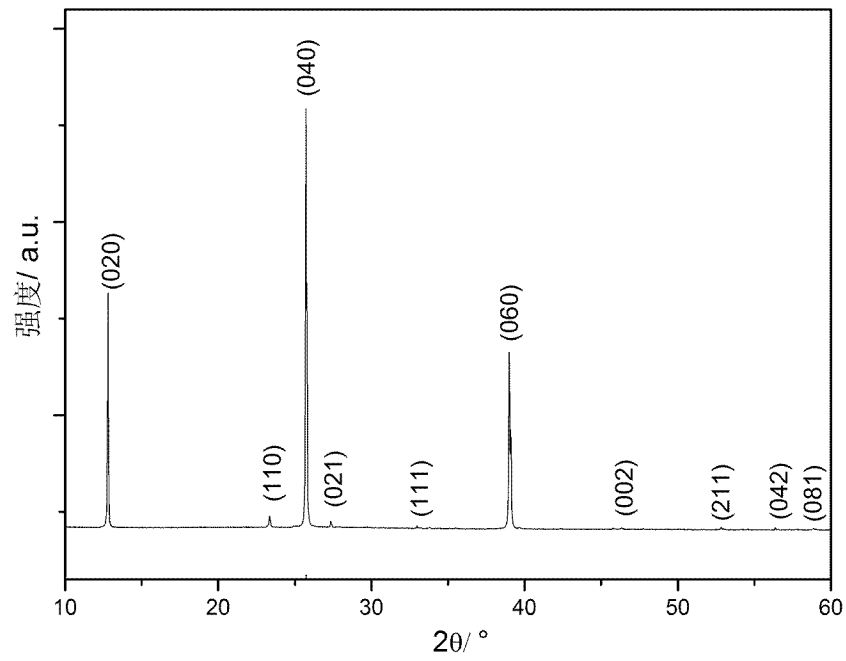


图 1b

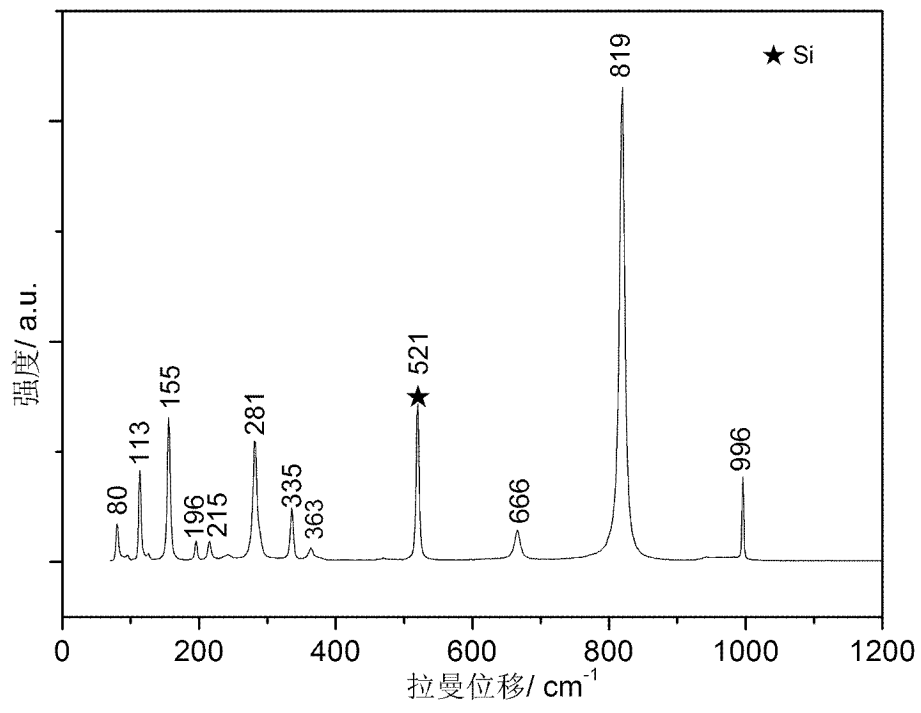


图 1c

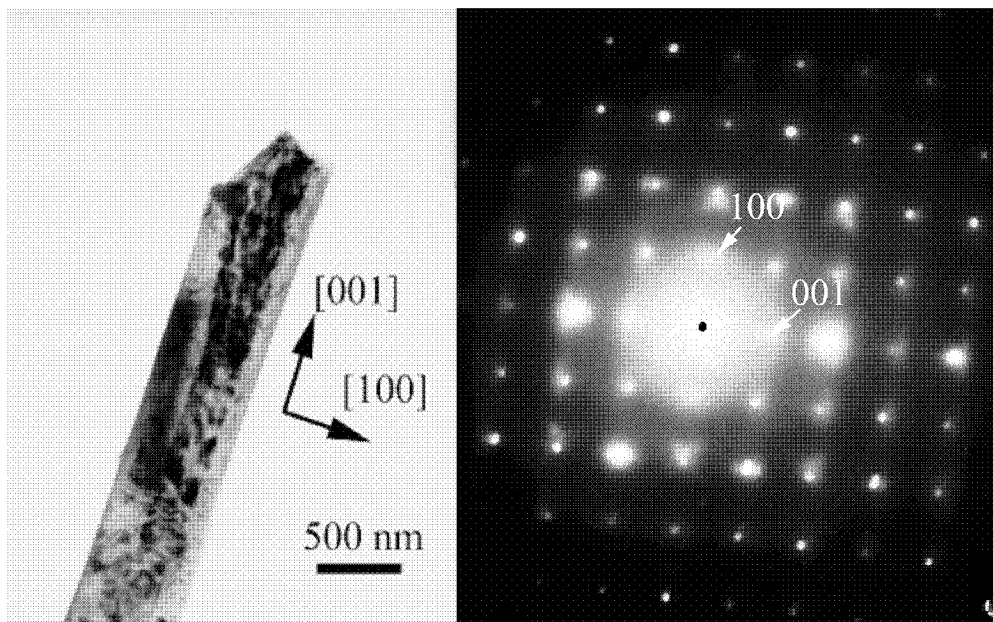


图 1d



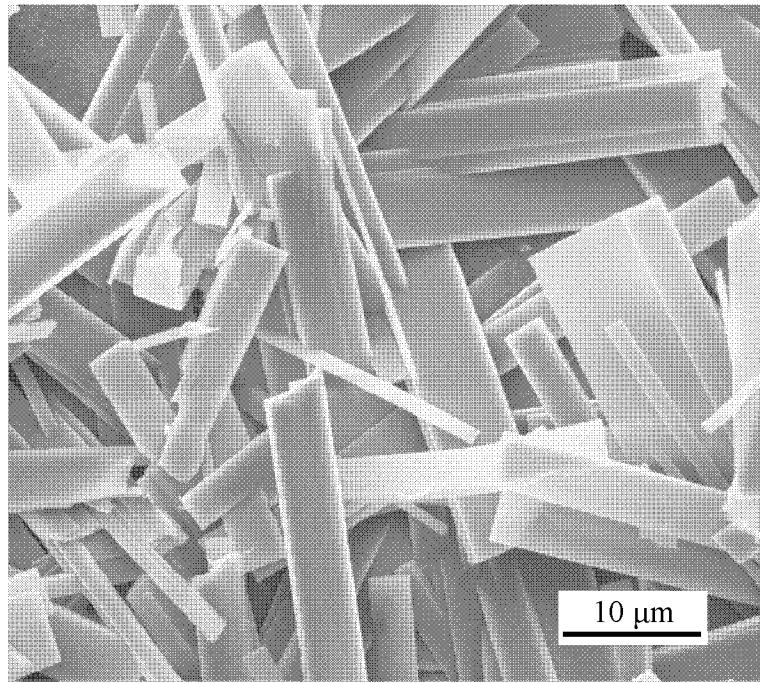


图 2a

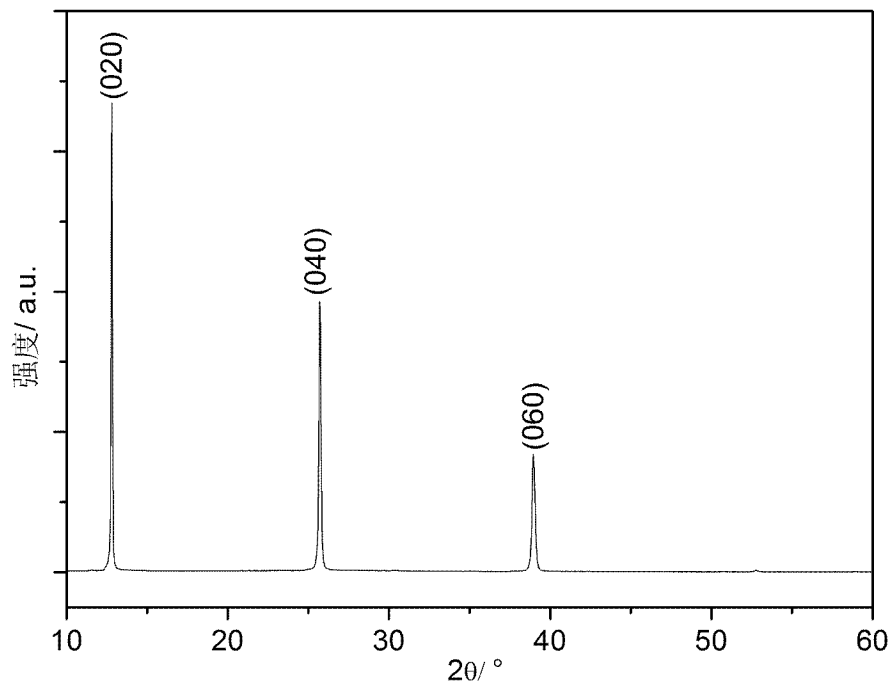


图 2b

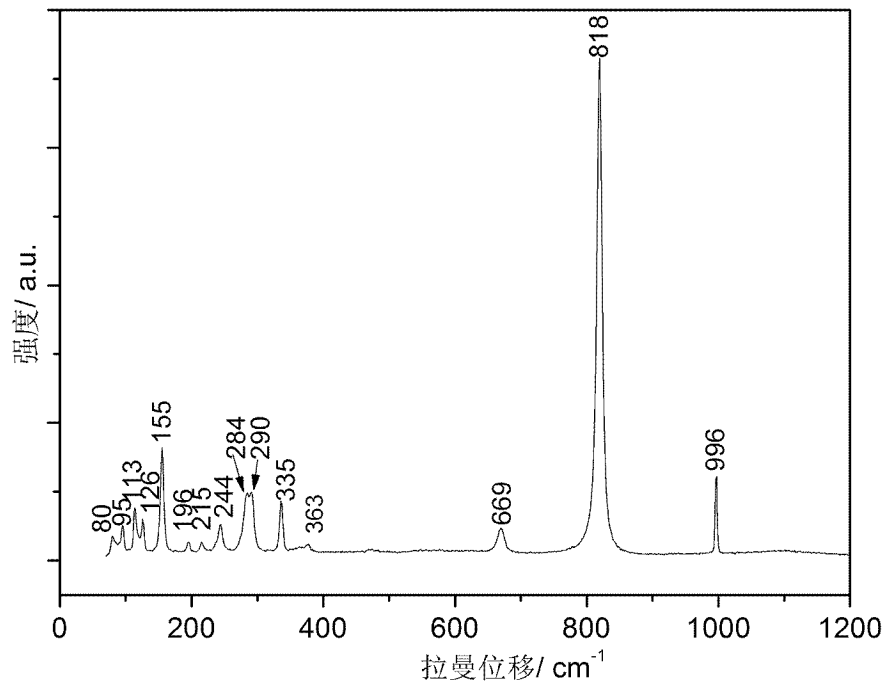


图 2c

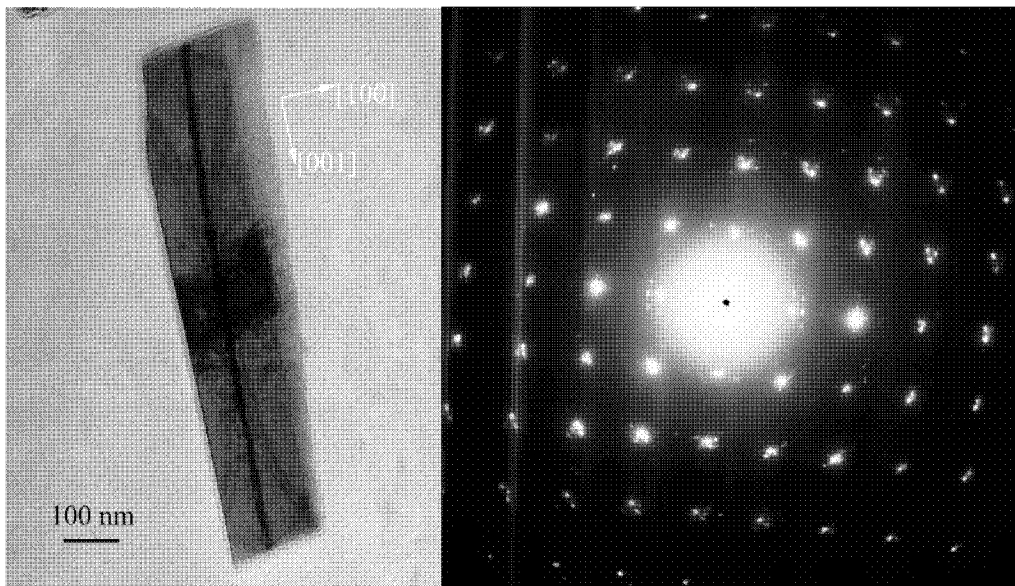


图 2d

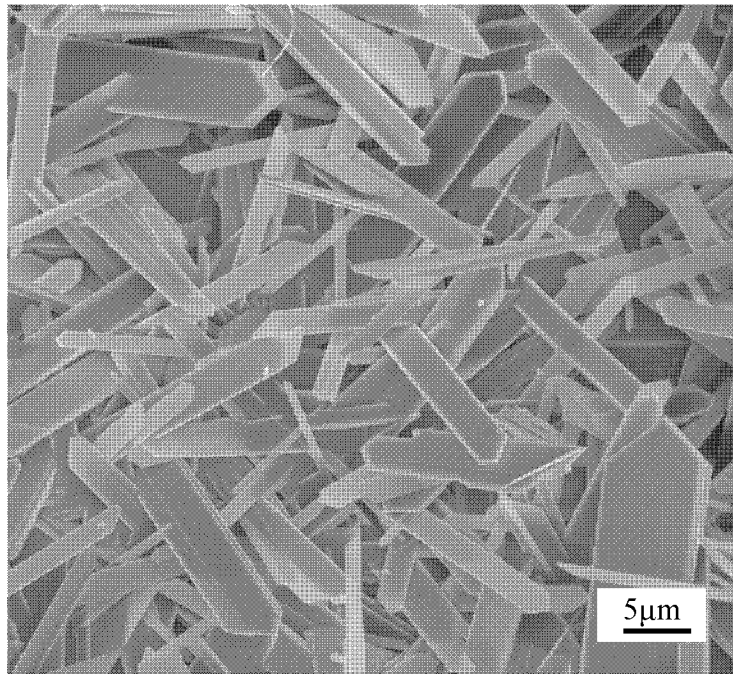


图 3a

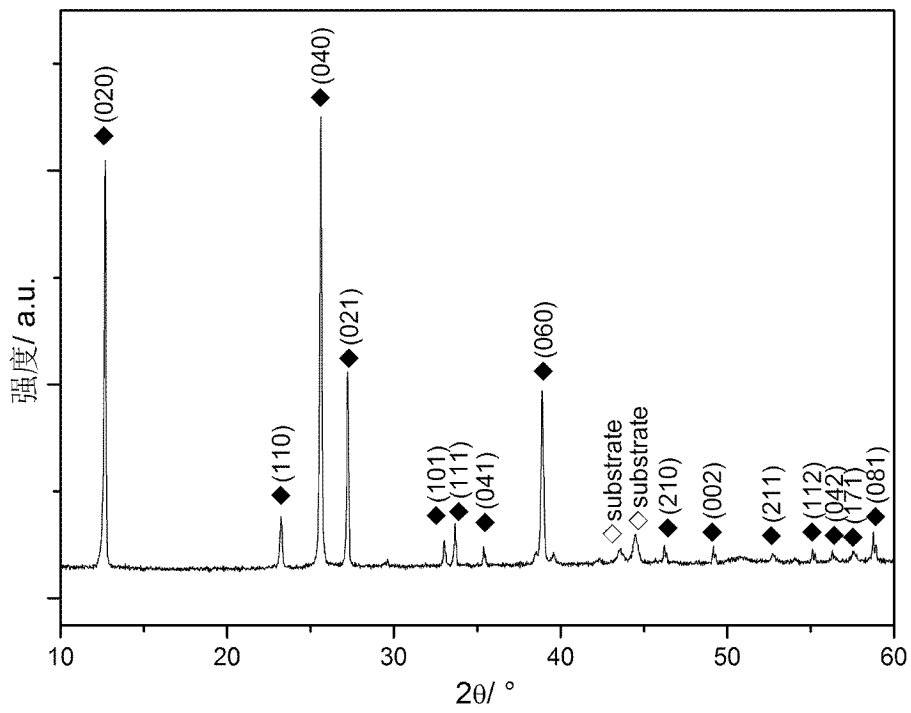


图 3b

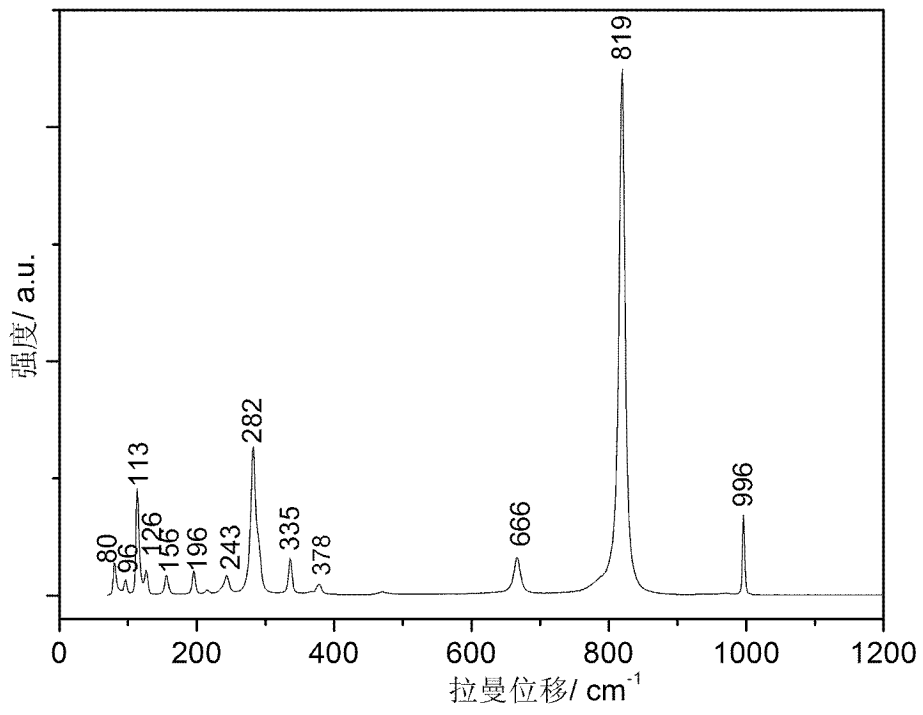


图 3c