



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102060263 A

(43) 申请公布日 2011. 05. 18

(21) 申请号 201010593529. 0

(22) 申请日 2010. 12. 17

(71) 申请人 东华大学

地址 201620 上海市松江区松江新城人民北路 2999 号

(72) 发明人 王宏志 何中媛 李耀刚 张青红

(74) 专利代理机构 上海泰能知识产权代理事务所 31233

代理人 黄志达 谢文凯

(51) Int. Cl.

B81C 1/00 (2006. 01)

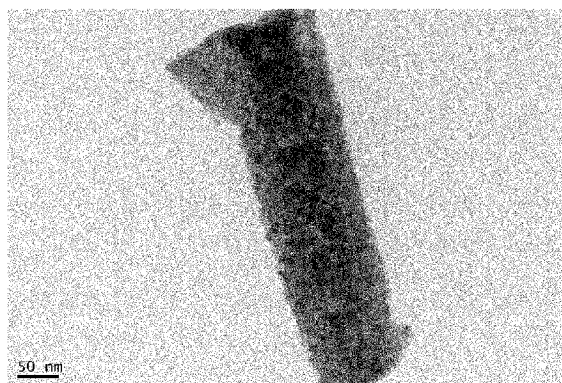
权利要求书 1 页 说明书 5 页 附图 4 页

(54) 发明名称

一种微通道内 ZnO/ZnS/Ag 纳米棒阵列的制备

(57) 摘要

本发明涉及一种微通道内 ZnO/ZnS/Ag 纳米棒阵列的制备方法,采用湿化学的方法在微通道内表面上制备 ZnO 纳米棒阵列,向预制有 ZnO 纳米棒阵列的微通道中先后输送硫代乙酰胺溶液、巯基乙酸钠溶液和新鲜制备的 Ag 溶胶,从而在微通道的内表面上实现了 ZnO、ZnS 和 Ag 多层结构纳米棒阵列的连续构筑。本发明利用湿化学合成方法并结合微流体的连续流动,实现了在毛细管微通道内表面上连续构筑多层纳米结构,操作简单;在微通道内表面上构筑特殊的纳米结构,解决了常规微细加工方法无法深入到封闭微通道中操作的难题,具有良好的应用前景。



1. 一种微通道内 ZnO/ZnS/Ag 纳米棒阵列的制备方法,包括:

(1) 将二水合醋酸锌的乙醇溶液和氢氧化钠的乙醇溶液于 60 ~ 70℃ 以 10 ~ 20 μ L/min 同时输送到微通道中,反应 1 ~ 2 小时后升温至 150℃ 退火,时间为 1 ~ 2h,先后用无水乙醇和去离子水清洗微通道,烘干,在微通道内表面上得到 ZnO 晶种层薄膜;

(2) 将六水合硝酸锌溶液和六亚甲基四胺溶液于 90 ~ 100℃ 以 25 ~ 50 μ L/min 同时输送到上述制有 ZnO 晶种膜的微通道中,2h 后停止输送溶液,用去离子水清洗微通道并在 150℃ 下加热 1 ~ 2h,即得垂直生长的 ZnO 纳米棒阵列;

(3) 将硫代乙酰胺溶液于 90℃ 以 25 ~ 50 μ L/min 输送到上述制有 ZnO 纳米棒阵列的微通道中,输送时间为 3 ~ 10h,即得 ZnO/ZnS 核壳结构纳米棒阵列;

(4) 将巯基乙酸钠溶液常温下以 25 ~ 50 μ L/min 输送到上述制有 ZnO/ZnS 核壳结构纳米棒阵列的微通道中,输送时间为 2 ~ 4h,即得巯基乙酸钠修饰的 ZnO/ZnS 核壳结构纳米棒阵列;

(5) 将 AgNO₃ 溶液以 1.8 ~ 2.0 mL/min 输送到 NaBH₄ 溶液中并搅拌,得到 Ag 纳米溶胶;以 8 ~ 10 μ L/min 将 Ag 纳米溶胶输送到上述制有巯基乙酸钠修饰的 ZnO/ZnS 核壳结构纳米棒阵列的微通道中,输送时间为 1-2h,在微通道内表面上得到 ZnO/ZnS/Ag 多层结构纳米棒阵列。

2. 根据权利要求 1 所述的一种微通道内 ZnO/ZnS/Ag 纳米棒阵列的制备方法,其特征在于:所述步骤 (1) 中的二水合醋酸锌的乙醇溶液浓度为 0.01 ~ 0.03M,氢氧化钠的乙醇溶液浓度为 0.04 ~ 0.06M,烘干具体工艺为 150 ~ 170℃ 烘干 1 ~ 2 小时。

3. 根据权利要求 1 所述的一种微通道内 ZnO/ZnS/Ag 纳米棒阵列的制备方法,其特征在于:所述步骤 (2) 中的六水合硝酸锌溶液浓度为 0.05 ~ 1M,六亚甲基四胺溶液浓度为 0.05 ~ 1M。

4. 根据权利要求 1 所述的一种微通道内 ZnO/ZnS/Ag 纳米棒阵列的制备方法,其特征在于:所述步骤 (3) 中的硫代乙酰胺溶液浓度为 0.5 ~ 2M。

5. 根据权利要求 1 所述的一种微通道内 ZnO/ZnS/Ag 纳米棒阵列的制备方法,其特征在于:所述步骤 (4) 中的巯基乙酸钠溶液浓度为 1 ~ 2M。

6. 根据权利要求 1 所述的一种微通道内 ZnO/ZnS/Ag 纳米棒阵列的制备方法,其特征在于:所述步骤 (5) 中的 AgNO₃ 溶液浓度为 0.0025 ~ 0.005M, NaBH₄ 溶液浓度为 0.00005 ~ 0.001g/ml,搅拌时间为 30 ~ 50min。

一种微通道内 ZnO/ZnS/Ag 纳米棒阵列的制备

技术领域

[0001] 本发明属于微通道内表面纳米棒的制备领域,特别涉及一种微通道内 ZnO/ZnS/Ag 纳米棒阵列的制备。

背景技术

[0002] 近年来,纳米材料由于其独特的物理和化学性能,引起了人们的极大关注。尤其是作为新颖微/纳米器件的组装单元,纳米结构对微/纳米器件的性能起着决定性的作用。研究纳米材料的结构、形貌及控制合成技术具有重要的意义。在特定纳米结构(如多层核壳纳米结构)的可控合成上,科学家们已尝试了各种各样的方法,然而如何在任意的基底材料上构筑大面积的、高度有序的核壳结构纳米棒阵列至今还未找到一种低成本的方法。这大大限制了纳米技术在组装新型微/纳米器件中的应用。

[0003] 微流控技术的功能多样化在获得突飞猛进发展的同时,大大拓宽了其在生化分析中的应用。为了满足对于具有复杂多样化功能微流控器件的需求,特别对于同时具有分离、浓缩和检测功能的微流控生物芯片的需求,势必要求对微流控器件的重要组件——微通道的内表面进行特定表面修饰。在微通道的内表面上构筑一些特定的微/纳米结构如多层核壳结构纳米棒将为设计功能化的微流控器件开辟一条新的途径。

[0004] 纳米材料与 DNA、蛋白质等生物分子之间的特异性相互作用在纳米生物技术的应用及发展方面具有巨大的作用,同时也引起了科学家们极大的研究兴趣。对纳米材料进行有目的的物理化学性质改性可以使之具有更多独特的性能,尤其是可以大大地提高与生物分子之间的特异性相互作用。在微通道内表面上构筑具有大比表面积的多层纳米棒阵列有可能实现对某种生物分子的特异性吸附,从而可设计出具有生物分子富集或者捕获功能的微流控器件。

发明内容

[0005] 本发明所要解决的技术问题是提供一种微通道内 ZnO/ZnS/Ag 纳米棒阵列的制备方法,该方法利用湿化学合成方法并结合微流体的连续流动,实现了在毛细管微通道内表面上连续构筑多层纳米结构,操作简单;在微通道内表面上构筑特殊的纳米结构,解决了常规微细加工方法无法深入到封闭微通道中操作的难题,具有良好的应用前景。

[0006] 本发明的一种微通道内 ZnO/ZnS/Ag 纳米棒阵列的制备方法,包括:

[0007] (1) 将二水合醋酸锌的乙醇溶液和氢氧化钠的乙醇溶液于 60 ~ 70 °C 以 10 ~ 20 μ L/min 同时输送到微通道中,反应 1 ~ 2 小时后升温至 150 °C 退火,时间为 1 ~ 2h,先后用无水乙醇和去离子水清洗微通道,烘干,在微通道内表面上得到 ZnO 晶种层薄膜;

[0008] (2) 将六水合硝酸锌溶液和六亚甲基四胺溶液于 90 ~ 100 °C 以 25 ~ 50 μ L/min 同时输送到上述制有 ZnO 晶种膜的微通道中,2h 后停止输送溶液,用去离子水清洗微通道并在 150 °C 下加热 1 ~ 2h,即得垂直生长的 ZnO 纳米棒阵列;

[0009] (3) 将硫代乙酰胺溶液于 90 °C 以 25 ~ 50 μ L/min 输送到上述制有 ZnO 纳米棒阵

列的微通道中,输送时间为 3 ~ 10h,即得 ZnO/ZnS 核壳结构纳米棒阵列;

[0010] (4) 将巯基乙酸钠溶液常温下以 25 ~ 50 μ L/min 输送到上述制有 ZnO/ZnS 核壳结构纳米棒阵列的微通道中,输送时间为 2 ~ 4h,即得巯基乙酸钠修饰的 ZnO/ZnS 核壳结构纳米棒阵列;

[0011] (5) 将 AgNO₃ 溶液以 1.8 ~ 2.0 mL/min 输送到 NaBH₄ 溶液中并搅拌,得到 Ag 纳米溶胶;以 8 ~ 10 μ L/min 将 Ag 纳米溶胶输送到上述制有巯基乙酸钠修饰的 ZnO/ZnS 核壳结构纳米棒阵列的微通道中,输送时间为 1-2h,在微通道内表面上得到 ZnO/ZnS/Ag 多层结构纳米棒阵列。

[0012] 所述步骤 (1) 中的二水合醋酸锌的乙醇溶液浓度为 0.01 ~ 0.03M,氢氧化钠的乙醇溶液浓度为 0.04 ~ 0.06M,烘干具体工艺为 150 ~ 170 $^{\circ}$ C 烘干 1 ~ 2 小时。

[0013] 所述步骤 (2) 中的六水合硝酸锌溶液浓度为 0.05 ~ 1M,六亚甲基四胺溶液浓度为 0.05 ~ 1M。

[0014] 所述步骤 (3) 中的硫代乙酰胺溶液浓度为 0.5 ~ 2M。

[0015] 所述步骤 (4) 中的巯基乙酸钠溶液浓度为 1 ~ 2M。

[0016] 所述步骤 (5) 中的 AgNO₃ 溶液浓度为 0.0025 ~ 0.005M, NaBH₄ 溶液浓度为 0.00005 ~ 0.001g/ml,搅拌时间为 30 ~ 50min。

[0017] ZnO/ZnS/Ag 多层结构纳米棒阵列表示由 ZnO、ZnS 和 Ag 共同构筑的多层结构纳米棒阵列。

[0018] 本发明采用湿化学的方法在微通道内表面上制备 ZnO 纳米棒阵列,向预制有 ZnO 纳米棒阵列的微通道中先后输送硫代乙酰胺 (Thioacetamide, TAA) 溶液、巯基乙酸钠 (sodiumthioglycollate, ST) 溶液和新鲜制备的 Ag 溶胶,从而在微通道的内表面上实现了 ZnO/ZnS/Ag 多层结构纳米棒阵列的连续构筑。

[0019] 有益效果

[0020] (1) 本发明利用湿化学合成方法并结合微流体的连续流动,实现了在毛细管微通道内表面上连续构筑多层纳米结构,操作简单;

[0021] (2) 在微通道内表面上构筑特殊的纳米结构,解决了常规微细加工方法无法深入到封闭微通道中操作的难题,同时纳米材料的功能化修饰也将大大推动基于微通道的功能化微流控器件的设计,具有良好的应用前景。

附图说明

[0022] 图 1 为石英毛细管微通道内表面上 ZnO 晶种膜的 FE-SEM 照片;

[0023] 图 2 为微通道内表面上 ZnO 纳米棒阵列的 FE-SEM 照片;

[0024] 图 3 为 TAA 输送时间为 3h 时的微通道内表面上 ZnO/ZnS 纳米棒阵列的 FE-SEM 照片;

[0025] 图 4 为 TAA 输送时间为 6h 时的微通道内表面上 ZnO/ZnS 纳米棒阵列的 FE-SEM 俯视图 (a) 和倾斜图 (b), (c) TEM 照片, (d) HRTEM 照片 (插入图为 SAED 图,图中箭头表示纳米棒的生长方向), (e) 为 (c) 图的放大图, (d) 为纳米棒的 EDX 图谱;

[0026] 图 5 为微通道内表面上的巯基乙酸钠修饰的 ZnO/ZnS 纳米棒阵列的 FE-SEM 照片;

[0027] 图 6 为微通道内表面上 ZnO/ZnS/Ag 多层结构纳米棒阵列的 (a) FE-SEM 照片, (b)

TEM 照片, (c) 对应于 (b) 图中长方形区域的 HRTEM 照片, (d) 为 (b) 图中纳米棒的 EDX 图谱;

[0028] 图 7 为 TAA 输送时间为 10h 时的微通道内表面上的 ZnO/ZnS 纳米棒阵列的 FE-SEM 照片;

[0029] 图 8 为微量注射泵推速为 $10 \mu\text{L}/\text{min}$ 、Ag 溶胶的输送时间为 2h 时的微通道内表面上 ZnO/ZnS/Ag 多层结构纳米棒的 TEM 照片。

具体实施方式

[0030] 下面结合具体实施例,进一步阐述本发明。应理解,这些实施例仅用于说明本发明而不适用于限制本发明的范围。此外应理解,在阅读了本发明讲授的内容之后,本领域技术人员可以对本发明作各种改动或修改,这些等价形式同样落于本申请所附权利要求书所限定的范围。

[0031] 实施例 1

[0032] 配置 0.01 M 的二水合醋酸锌乙醇溶液, 0.04M 的氢氧化钠乙醇溶液, 0.05M 的六水合硝酸锌溶液, 0.05M 的六亚甲基四胺溶液, 配置 2M 的硫代乙酰胺 (TAA) 溶液和 2M 的巯基乙酸钠 (ST) 溶液。

[0033] (1) 将二水合醋酸锌乙醇溶液和氢氧化钠乙醇溶液分别吸入两支 10mL 的注射器, 设定微量注射泵推速为 $10 \mu\text{L}/\text{min}$, 将其同时输送到预先置于 60°C 烘箱中的微通道中, 注满微通道后停止输送, 反应 2h 后将烘箱温度升高至 150°C 退火, 时间 1h, 先后利用乙醇、去离子水清洗微通道, 并在 150°C 下烘干 2h, 在微通道内表面上得到 ZnO 晶种层薄膜;

[0034] (2) 在注射泵推速为 $50 \mu\text{L}/\text{min}$ 下将六水合硝酸锌溶液和六亚甲基四胺溶液两溶液同时输送到置于 90°C 烘箱中预制有 ZnO 晶种膜微通道的微通道中, 2h 后停止输送溶液, 用去离子水清洗微通道并在 150°C 下加热 1h, 即在微通道内表面上得到了垂直生长的 ZnO 纳米棒阵列;

[0035] (3) 设定微量注射泵的推速为 $25 \mu\text{L}/\text{min}$, 将 TAA 溶液输送到置于 90°C 烘箱中预制有 ZnO 纳米棒阵列的微通道中, 流体输送时间 3h 后, 用去离子水清洗微通道并在 70°C 干燥, 从而得到 ZnO/ZnS 纳米棒阵列;

[0036] (4) 然后在微量注射泵的推速为 $25 \mu\text{L}/\text{min}$ 下, 常温下将 ST 溶液输送到预制有 ZnO/ZnS 纳米棒阵列的微通道中, 流体输送时间 2h 后, 用去离子水清洗微通道, 在微通道内表面上得到巯基乙酸钠修饰的 ZnO/ZnS 纳米棒阵列;

[0037] (5) 配置 0.0025M 的 AgNO_3 溶液, 将其装入 20mL 的注射器中, 设定微量注射泵推速为 $1.8\text{mL}/\text{min}$, 将 15mL AgNO_3 溶液输送到磁力搅拌下且置于冰浴中的 150mL NaBH_4 溶液中 (其中含有 0.0075g NaBH_4), 继续搅拌 30min 得到橙黄色的 Ag 纳米溶胶。设定微量注射泵推速为 $8 \mu\text{L}/\text{min}$, 将新鲜制备的 Ag 纳米溶胶输送到预制有巯基乙酸钠修饰的 ZnO/ZnS 核壳结构纳米棒阵列的微通道中, 控制流体输送时间为 1h, 在微通道内表面上得到 ZnO/ZnS/Ag 多层结构纳米棒阵列。

[0038] 图 1 为本实例石英毛细管微通道内表面上 ZnO 晶种膜的 FE-SEM 照片, 可以看到晶种膜分布均匀。图 2 为本实例微通道内表面上的 ZnO 纳米棒阵列的 FE-SEM 照片, 可以看到直径为 $50 \sim 150\text{nm}$, 长度 $1 \sim 1.5 \mu\text{m}$ 的 ZnO 纳米棒垂直生长的微通道的内表面上。图 3 是

本实例中微通道内表面上的 ZnO/ZnS 纳米棒阵列的 FE-SEM 照片,不难发现,与单纯的 ZnO 纳米棒相比, ZnO/ZnS 纳米棒具有较大的直径和粗糙的表面。

[0039] 实施例 2

[0040] 配置 0.03 M 的二水合醋酸锌乙醇溶液, 0.06 M 的氢氧化钠乙醇溶液, 1 M 的六水合硝酸锌溶液, 1 M 的六亚甲基四胺溶液, 1 M 的硫代乙酰胺 (TAA) 溶液和 1 M 的巯基乙酸钠 (ST) 溶液。(1) 将二水合醋酸锌乙醇溶液和氢氧化钠乙醇溶液分别吸入两支 10 mL 的注射器, 设定微注射泵推速为 20 μ L/min, 将其同时输送到预先置于 70 °C 烘箱中的微通道中, 注满微通道后停止输送, 反应 4 h 后将烘箱温度升高至 150 °C 退火, 时间 2 h, 先后利用乙醇、去离子水清洗微通道, 并在 170 °C 下烘干 2 h, 在微通道内表面上得到 ZnO 晶种层薄膜;

[0041] (2) 在注射泵推速为 50 μ L/min 下将六水合硝酸锌溶液和六亚甲基四胺溶液两溶液同时输送到置于 100 °C 烘箱中预制有 ZnO 晶种膜微通道的微通道中, 2 h 后停止输送溶液, 用去离子水清洗微通道并在 150 °C 下加热 3 h, 即在微通道内表面上得到了垂直生长的 ZnO 纳米棒阵列;

[0042] (3) 设定微量注射泵的推速为 50 μ L/min, 将 TAA 溶液输送到置于 100 °C 烘箱中预制有 ZnO 纳米棒阵列的微通道中, 流体输送时间 6 h 后, 用去离子水清洗微通道并在 70 °C 干燥, 从而得到 ZnO/ZnS 纳米棒阵列;

[0043] (4) 然后在微量注射泵的推速为 50 μ L/min 下, 常温下将 ST 溶液输送到预制有 ZnO/ZnS 纳米棒阵列的微通道中, 流体输送时间 4 h 后, 用去离子水清洗微通道, 在微通道内表面上得到巯基乙酸钠修饰的 ZnO/ZnS 纳米棒阵列;

[0044] (5) 配置 0.005 M 的 AgNO₃ 溶液, 将其装入 20 mL 的注射器中, 设定微量注射泵推速为 2.0 mL/min, 将 15 mL AgNO₃ 溶液输送到磁力搅拌下且置于冰浴中的 150 mL NaBH₄ 溶液中 (其中含有 0.015 g NaBH₄), 继续搅拌 50 min 得到橙黄色的 Ag 纳米溶胶。设定微量注射泵推速为 10 μ L/min, 将新鲜制备的 Ag 纳米溶胶输送到预制有巯基乙酸钠修饰的 ZnO/ZnS 核壳结构纳米棒阵列的微通道中, 控制流体输送时间为 2 h, 在微通道内表面上得到 ZnO/ZnS/Ag 多层结构纳米棒阵列。

[0045] 图 4(a) 和 (b) 是本实例中微通道内表面上的 ZnO/ZnS 纳米棒阵列的 FE-SEM 照片, 纳米棒的表面粗糙有褶皱, 直径在 100-200 nm 之间。此外纳米棒的直径较当 TAA 溶液输送时间为 3 h 时变的更粗, ZnO 纳米棒裸露的所有表面都被 ZnS 很好的包覆了, 且仍然保持了纳米棒阵列的形貌。图 4(c) 和 4(e) 展示了本实例中 ZnO/ZnS 纳米棒的 TEM 照片, 从图中可以明显看到, 纳米棒具有衬度较深的中心和颜色较浅的边缘, 由此可以肯定形成了核壳结构的纳米棒。经计算在纳米棒核-壳界面处采集到的 HRTEM 照片中的晶面间距分别为 0.31 和 0.26 nm, 这正好分别对应于纤维锌矿 ZnS 的 (002) 面和 ZnO 的 (002) 面, 表明 ZnO/ZnS 核壳结构纳米棒是由单晶的 ZnO 核和多晶的 ZnS 壳组成的 (图 5-2(d))。此外, 从图 4(d) 中插入的 SAED 图也可得出相同的结论。EDS 谱中可以检测到 Zn、O、S 三种元素, 也可表明 ZnO 和 ZnS 的存在, 其中 Cu 元素的信号则是来自于制样时所使用的 Cu 网 (图 4(f))。图 5 是本实例中微通道内表面上的巯基乙酸钠修饰的 ZnO/ZnS 纳米棒阵列的 FE-SEM 照片, 从图中不难发现, 与 ZnO/ZnS 纳米棒阵列相比, ST-ZnO/ZnS 纳米棒阵列的形貌基本没有发生变化。图 6(a) 是本实例中微通道内表面上 ZnO、ZnS 和 Ag 多层结构纳米棒阵列的 FE-SEM 照片, 从图中可看到, 纳米棒的表面附着有明显的颗粒, 而且较 ST-ZnO/ZnS 纳米棒表面变得更加

粗糙了。图 6(b) 是本实例中微通道内表面上 ZnO/ZnS/Ag 多层结构纳米棒的 TEM 照片,从 TEM 照片中可以看到,纳米棒仍为核壳结构且表面有衬度较深的黑点,可以初步确定核壳结构的纳米棒表面负载了纳米银。图 6(c) 是对图 6(b) 中矩形框标记的位置采集的 HRTEM 照片可以发现核壳结构纳米棒的壳层是多晶性的,通过计算得出晶面间距为 0.31 和 0.23nm,分别对应于纤维锌矿 ZnS 的 (002) 晶面和立方相单质银的 (111) 晶面的晶面间距。图 6(d) 是本实例中微通道内表面上 ZnO/ZnS/Ag 多层结构纳米棒阵列的 EDS 谱图,图中 Zn、O、Ag、S 四种元素的特征峰,表明 ZnO/ZnS 核壳结构的纳米棒上负载了 Ag 纳米颗粒。由此可见,通过连续的多步反应,可在微通道的内表面上得到 ZnO/ZnS/Ag 多层结构纳米棒阵列。

[0046] 实施例 3

[0047] 配置 0.02 M 的二水合醋酸锌乙醇溶液,0.05M 的氢氧化钠乙醇溶液,0.08M 的六水合硝酸锌溶液,0.08M 的六亚甲基四胺溶液,0.5M 的硫代乙酰胺 (TAA) 溶液和 1M 的巯基乙酸钠 (ST) 溶液。

[0048] (1) 将二水合醋酸锌乙醇溶液和氢氧化钠乙醇溶液分别吸入两支 10mL 的注射器,设定微注射泵推速为 20 μ L/min,将其同时输送到预先置于 65 $^{\circ}$ C 烘箱中的微通道中,注满微通道后停止输送,反应 1.5h 后将烘箱温度升高至 150 $^{\circ}$ C 退火,时间 1.5h,先后利用乙醇、去离子水清洗微通道,并在 170 $^{\circ}$ C 下烘干 1.5h,在微通道内表面上得到 ZnO 晶种层薄膜;

[0049] (2) 在注射泵推速为 30 μ L/min 下将六水合硝酸锌溶液和六亚甲基四胺溶液两溶液同时输送到置于 95 $^{\circ}$ C 烘箱中预制有 ZnO 晶种膜微通道的微通道中,2h 后停止输送溶液,用去离子水清洗微通道并在 150 $^{\circ}$ C 下加热 1.5h,即在微通道内表面上得到了垂直生长的 ZnO 纳米棒阵列;

[0050] (3) 设定微量注射泵的推速为 50 μ L/min,将 TAA 溶液输送到置于 100 $^{\circ}$ C 烘箱中预制有 ZnO 纳米棒阵列的微通道中,流体输送时间 10h 后,用去离子水清洗微通道并在 70 $^{\circ}$ C 干燥,从而得到 ZnO/ZnS 纳米棒阵列;

[0051] (4) 然后在微量注射泵的推速为 50 μ L/min 下,常温下将 ST 溶液输送到预制有 ZnO/ZnS 纳米棒阵列的微通道中,流体输送时间 4h 后,用去离子水清洗微通道,在微通道内表面上得到巯基乙酸钠修饰的 ZnO/ZnS 纳米棒阵列;

[0052] (5) 配置 0.004M 的 AgNO₃ 溶液,将其装入 20mL 的注射器中,设定微量注射泵推速为 1.9mL/min,将 15mL AgNO₃ 溶液输送到磁力搅拌下且置于冰浴中的 150mL NaBH₄ 溶液中 (其中含有 0.01g NaBH₄),继续搅拌 40min 得到橙黄色的 Ag 纳米溶胶。设定微量注射泵推速为 10 μ L/min,将新鲜制备的 Ag 纳米溶胶输送到预制有巯基乙酸钠修饰的 ZnO/ZnS 核壳结构纳米棒阵列的微通道中,控制流体输送时间为 2h,在微通道内表面上得到 ZnO/ZnS/Ag 多层结构纳米棒阵列。

[0053] 图 7 是本实例中微通道内表面上的 ZnO/ZnS 纳米棒阵列的 FE-SEM 照片,从图中可以看出随着 TAA 溶液输送时间的延长,纳米棒的表面变得越来越粗糙,而且纳米棒直径不断增大,相邻纳米棒之间的空隙变得越来越小。图 8 本实例中微通道内表面上 ZnO/ZnS/Ag 多层结构纳米棒的 TEM 照片,从图中可以看出纳米棒的多层结构。

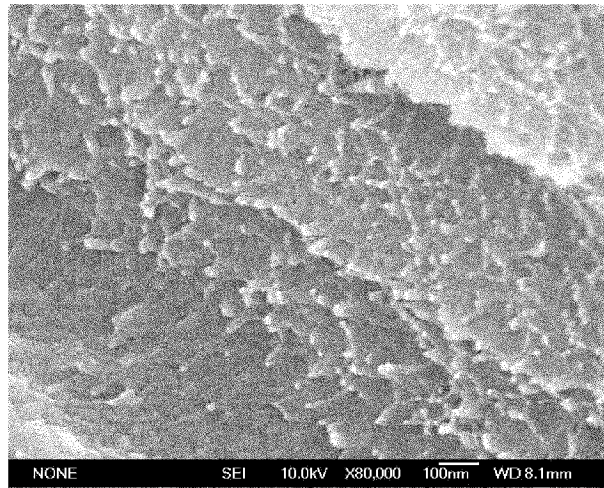


图 1

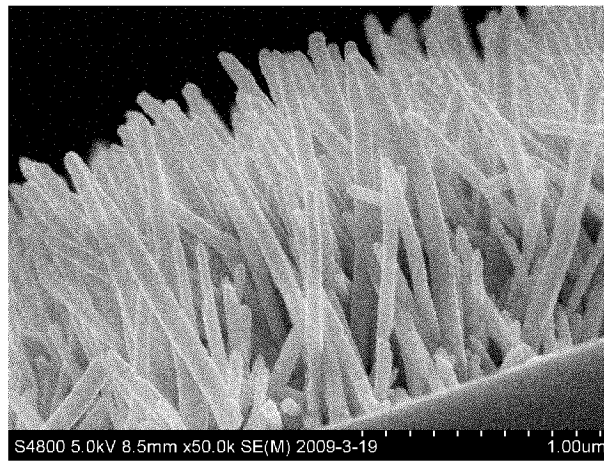


图 2

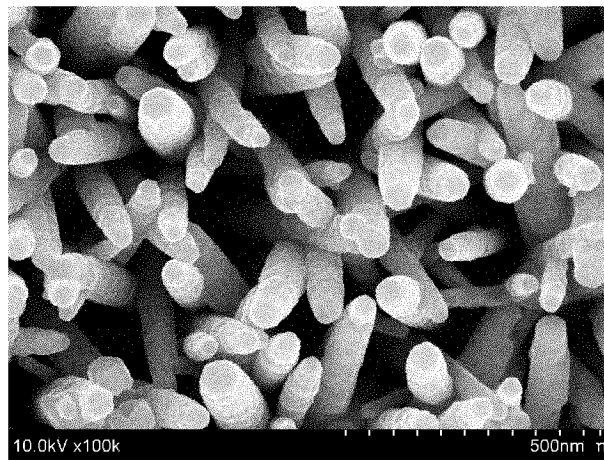


图 3

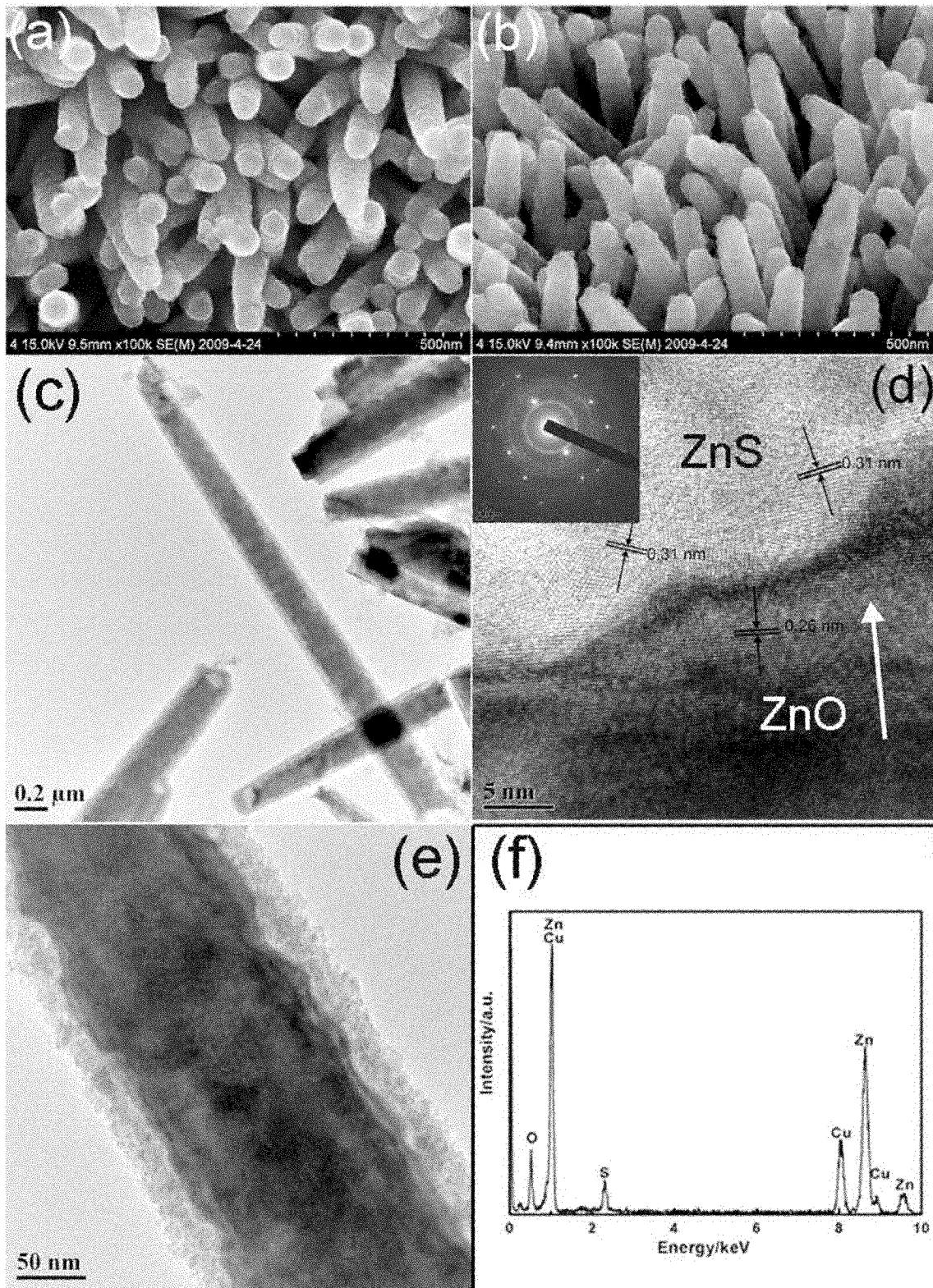


图 4

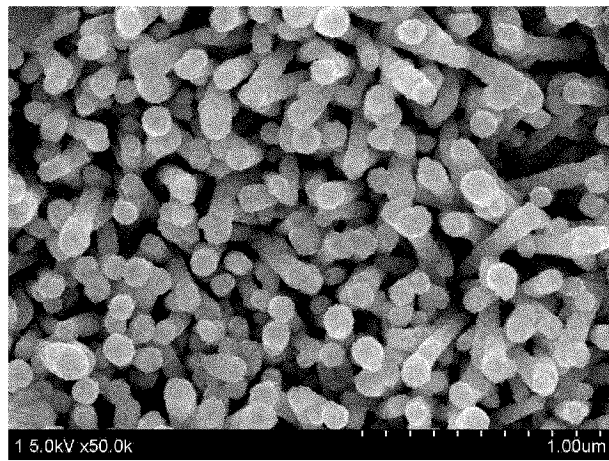


图 5

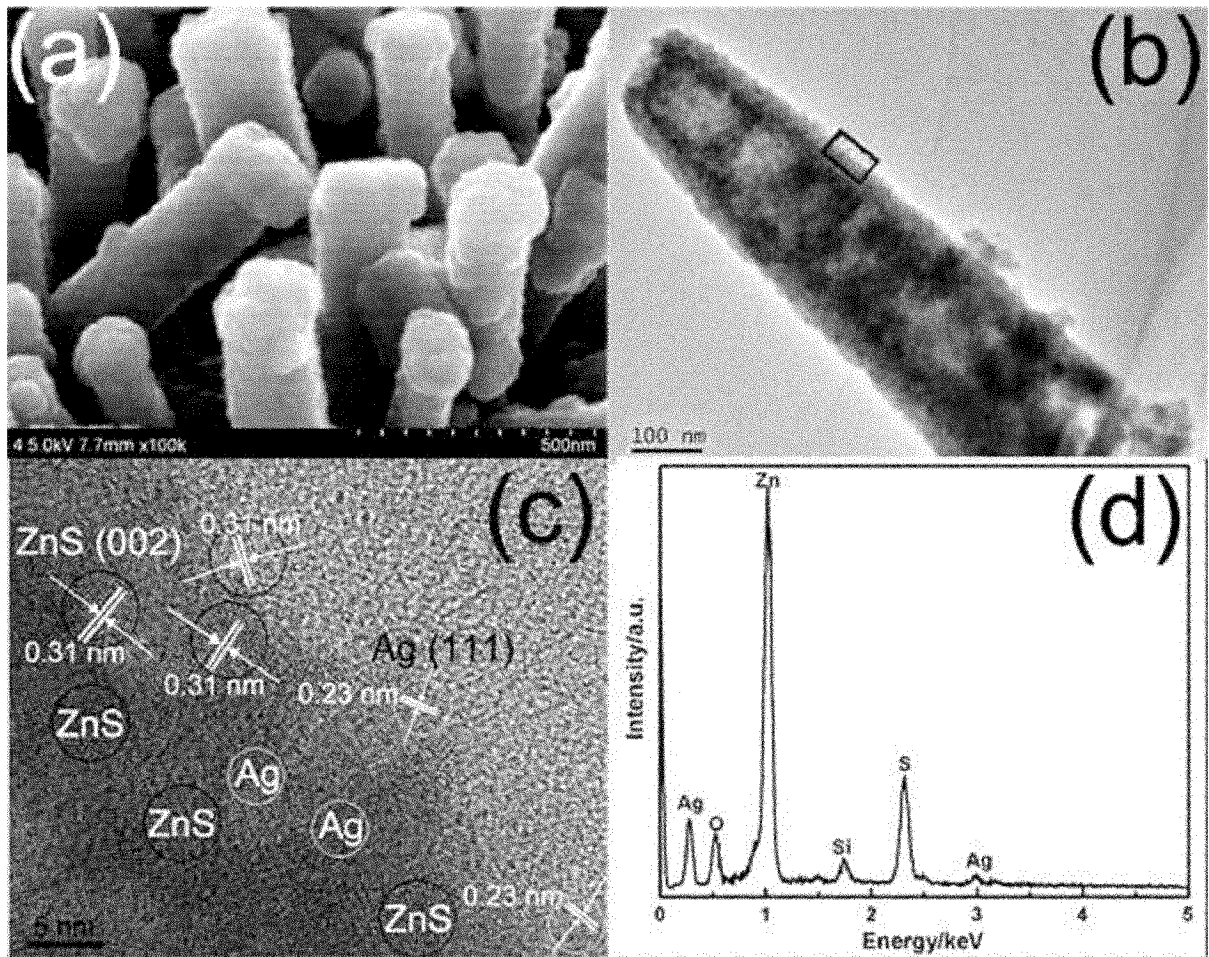


图 6

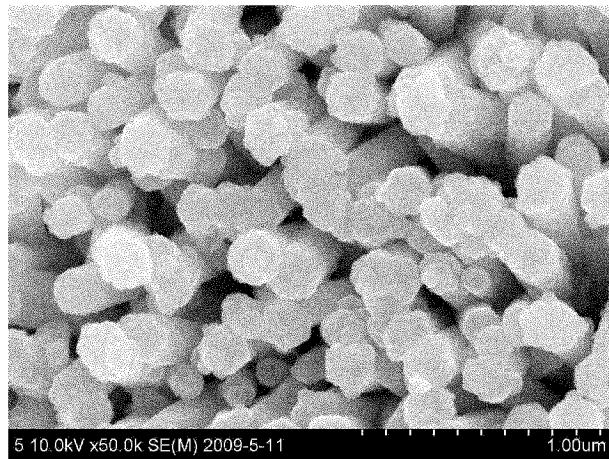


图 7

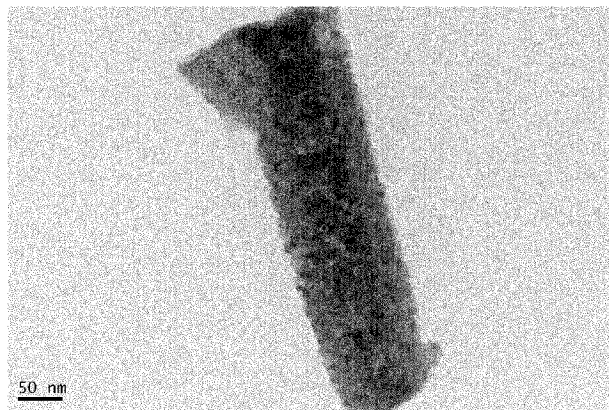


图 8