

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

B82B 3/00 (2006.01)

C30B 29/62 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200610036639.0

[45] 授权公告日 2009年12月2日

[11] 授权公告号 CN 100564244C

[22] 申请日 2006.7.21

[21] 申请号 200610036639.0

[73] 专利权人 东莞理工学院

地址 523106 广东省东莞市莞城区步步高
学院路251号

[72] 发明人 程发良 汪洪 张敏

[56] 参考文献

CN1748860A 2006.3.22

JP6089472A 1994.3.29

US6045925A 2000.4.4

审查员 杨艳

[74] 专利代理机构 广州粤高专利商标代理有限公司

代理人 陈卫

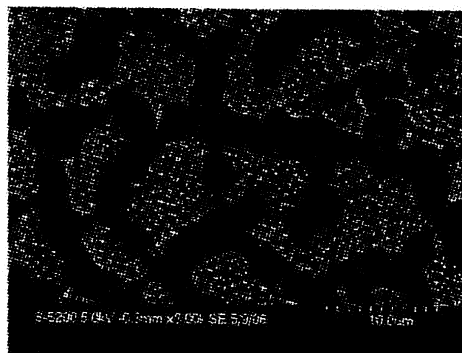
权利要求书2页 说明书4页 附图2页

[54] 发明名称

一种钽纳米线有序阵列材料的制备方法

[57] 摘要

本发明涉及钽纳米线领域，公开了一种钽纳米线有序阵列材料的制备方法。本发明以不活泼金属为聚合面，先用二次氧化法制备纳米氧化铝模板，装配在钛金属表面，再用直流电沉积制备钽纳米线。所制备的钽纳米线直径统一，排列有序，并且长度可由循环周次可控，很容易达到生产需要。本发明制备方法简单，无需溅射工艺，整个流程时间短，合成条件在常态下就可以进行，因此成本低廉。



1、一种钽纳米线有序阵列材料的制备方法，其特征在于包括以下步骤：

(1) 合成纳米氧化铝模板：

a. 将铝片先用 70% 高氯酸和无水乙醇混合液在温度 $0\sim 5^{\circ}\text{C}$ ，电压 $15\sim 22\text{V}$ 下抛光 $5\sim 10$ 分钟；混合液中 70% 高氯酸和无水乙醇的体积比为 1: 4；

b. 铝片用二次蒸馏水清洗后在多元酸及其对应的电压下氧化 $1\sim 2$ 小时；然后在 60°C 下以 6% 的磷酸和 1.8% 的铬酸混合洗液清洗铝片；所述的多元酸及其对应的电压为 $0.5\sim 1.5\text{mol/L}$ 硫酸， $18\sim 22\text{V}$ ；或 $0.1\sim 0.5\text{mol/L}$ 草酸， $30\sim 50\text{V}$ ；或 $0.3\sim 1.0\text{mol/L}$ 磷酸， $100\sim 130\text{V}$ ；

c. 铝片用二次蒸馏水清洗后，用与上述 (b) 步骤相同的电压进行阳极氧化；然后用氯化亚锡饱和水溶液剥离铝基质，再用 5% 磷酸通孔，得到纳米氧化铝模板，清洗并保存在二次蒸馏水中；

(2) 将不活泼金属片抛光成镜面，用强酸和强碱处理，然后用二次蒸馏水充分洗涤后，将纳米氧化铝模板紧密的装配在不活泼金属片上，浸入 $\text{pH}=8$ 的 0.1mol/L 钽碱性电镀溶液，以 0.7V 电压，电沉积 20 分钟取出，用 5% H_3PO_3 浸泡，溶去模板后用二次蒸馏水洗涤后晾干。

2、根据权利要求 1 所述的制备方法，其特征在于上述步骤 b 中所述氧化是采用不锈钢板做对电极。

3、根据权利要求 1 所述的制备方法，其特征在于上述步骤 c 中

所述阳极氧化的时间为 6 小时；所述用 5%磷酸通孔的时间为 30 分钟。

4、根据权利要求 1 所述的制备方法，其特征在于上述步骤（2）中所述不活泼金属片是钛金属片或镀钛金属片。

5、根据权利要求 1 所述的制备方法，其特征在于上述步骤（2）中所述不活泼金属片是采用金相砂纸或氧化铝抛光成镜面。

6、根据权利要求 1 所述的制备方法，其特征在于上述步骤（2）中所述强酸是 20%硝酸，所述强碱是 10%氢氧化钠。

一种钯纳米线有序阵列材料的制备方法

技术领域

本发明涉及钯纳米线领域，具体的说，涉及一种钯纳米线有序阵列材料的制备方法。

背景技术

金属纳米线阵列，因其非线性光学性能、异向导电性能、分光特性以及独特的磁学性能而在电子和光电子器件、高密度磁存储等方面具有极其重要的应用。钯纳米线及其阵列具有优越的物理和化学性质，并可作为量子结构器件的构成单元，由于极为优秀的储存氢气的的能力，以及良好的催化活性，在传感器、燃料电池以及催化方面有良好的应用前景。在钯的表面氢原子被吸附，然后将其移入金属的浅表面下，由于氢气只能进入钯金属浅表面，当钯处于纳米状态时，钯纳米线阵列就具有极大的吸氢能力。作为催化剂时，钯纳米线阵列具有极高的比表面积，所以有极高的催化活性。还可以利用钯纳米线阵列对氢的感应，用作微型的氢传感器和氢活性开关，这种氢传感器具有快速响应、高灵敏度、可室温操作、低功率消耗、抗其它气体干扰及选择性好等一系列的优点。钯纳米线的合成与制备是制约实现这种可能的关键，所以合成钯纳米线阵列具有重要的应用价值。

现有各种制备方法中制备的钯纳米线排列杂乱、数量少，且方法复杂无法用于实际应用。

发明内容

本发明的目的是针对现有钽纳米线阵列材料存在的不足，提供一种钽纳米线阵列材料的制备方法，以得到高度有序的钽纳米线阵列材料。

为了实现上述目的，本发明的钽纳米线有序阵列材料的制备方法，采用以下步骤：

(1) 合成纳米氧化铝模板：

a. 将铝片先用 70% 高氯酸和无水乙醇混合液在温度 0~5℃，电压 15~22V 下抛光 5~10 分钟；混合液中 70% 高氯酸和无水乙醇的体积比为 1: 4；

b. 铝片用二次蒸馏水清洗后在多元酸及其对应的电压下氧化 1~2 小时；然后在 60℃ 下以 6% 磷酸和 1.8% 铬酸混合洗液清洗铝片半小时，除去氧化膜；混合洗液中，6% 磷酸和 1.8% 铬酸的比例不需要特别限定，适当的比例即可；

c. 铝片用二次蒸馏水清洗后，用与上述步骤 b 相同的电压进行阳极氧化；然后用氯化亚锡饱和水溶液剥离铝基质，再用 5% 磷酸通孔，得到纳米氧化铝模板，清洗并保存在二次蒸馏水中；

(2) 将不活泼金属片抛光成镜面，用强酸和强碱处理，然后用二次蒸馏水充分洗涤后，将纳米氧化铝模板紧密的装配在不活泼金属片上，浸入 pH=8 的 0.1mol/L 钽碱性电镀溶液，以 0.7V 电压，电沉积 20 分钟取出，用 5% H_3PO_3 浸泡，溶去模板后用二次蒸馏水洗涤后晾干。

在上述制备方法中，步骤 b 中所述的多元酸及其对应的电压为

0.5~1.5mol/L 硫酸, 18~22V; 或 0.1~0.5mol/L 草酸, 30~50V; 或 0.3~1.0mol/L 磷酸, 100~130V。

在上述制备方法中, 步骤 b 中所述氧化是采用不锈钢板做对电极。

在上述制备方法中, 步骤 c 中所述阳极氧化的时间为 6 小时; 所述用 5%磷酸通孔的时间为 30 分钟。

在上述制备方法中, 步骤 (2) 中所述不活泼金属片是钛金属片或镀钛金属片。

在上述制备方法中, 步骤 (2) 中所述不活泼金属片是采用金相砂纸或氧化铝抛光成镜面。

在上述制备方法中, 步骤 (2) 中所述强酸是 20%硝酸, 所述强碱是 10%氢氧化钠。

与已有技术相比, 本发明具有如下有益效果:

1、本发明以钛金属片(镀钛或者其他的不活泼的金属, 且可反复使用)为聚合面, 无需溅射工艺, 省去高成本工艺, 将二次氧化法制备纳米氧化铝为模板材料装配在钛金属表面, 并用直流电沉积制备钽纳米线, 生成的钽纳米线直径统一, 排列有序, 并且长度可由循环周次可控, 很容易达到生产需要。

2、本发明方法简单, 工艺简化, 整个流程时间短, 合成条件在常态下就可以进行, 因此成本低廉。

附图说明

图 1 为钽纳米阵列表面在电子扫描显微镜下观察到的图;

图 2 为钽纳米阵列表面在电子扫描显微镜下观察到的图；

图 3 为钽纳米阵列侧面在电子扫描显微镜下观察到的图。

具体实施方式

实施例 1 本发明钽纳米线有序阵列材料的制备

(1) 合成纳米氧化铝模板

a. 将铝片（纯度 99.999%）先用 70% 高氯酸和无水乙醇混合液在 2℃ 下抛光 8 分钟，电压为 20V；混合液中 70% 高氯酸和无水乙醇的体积比 1: 4。

b. 铝片用二次蒸馏水清洗后在 1mol/L 硫酸、电压 20v 下首次氧化 1.5 小时，以不锈钢板做对电极；然后在 60℃ 下以 6% 磷酸和 1.8% 铬酸混合洗液清洗铝片半小时，除去氧化膜；混合洗液中，6% 磷酸和 1.8% 铬酸的体积比为 1: 1。

c. 铝片用二次蒸馏水清洗后，用与上述 b 步骤相同的电压进行阳极氧化 6 小时；然后用氯化亚锡饱和水溶液剥离铝基质，再用 5% 的磷酸通孔 30 分钟，得到纳米氧化铝模板，清洗并保存在二次蒸馏水中。

(2) 钛金属片经金相砂纸和氧化铝抛光成镜面，然后用二次蒸馏水充分洗涤后，将纳米氧化铝模板紧密的装配在玻碳电极上，浸入 pH=8 的 0.1mol/L 镀钽溶液，以 0.7V 电压电沉积 20 分钟，取出，用 5% H_3PO_3 浸泡，溶去模板后用二次蒸馏水洗涤后晾干。如图 1、图 2 和图 3 所示，所得钽纳米线直径统一，排列有序。

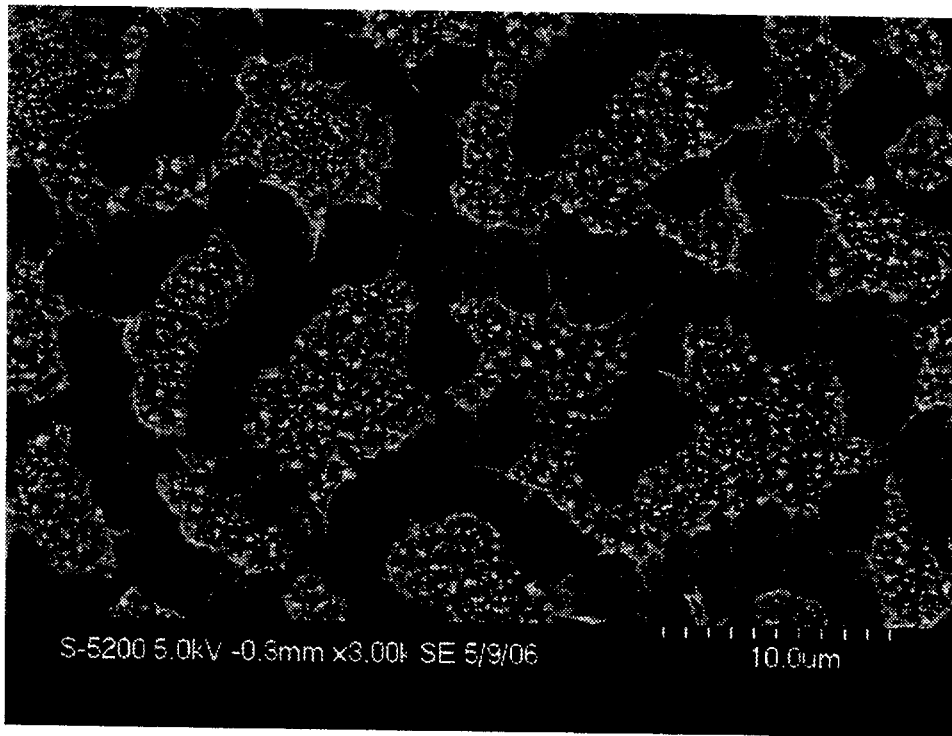


图 1

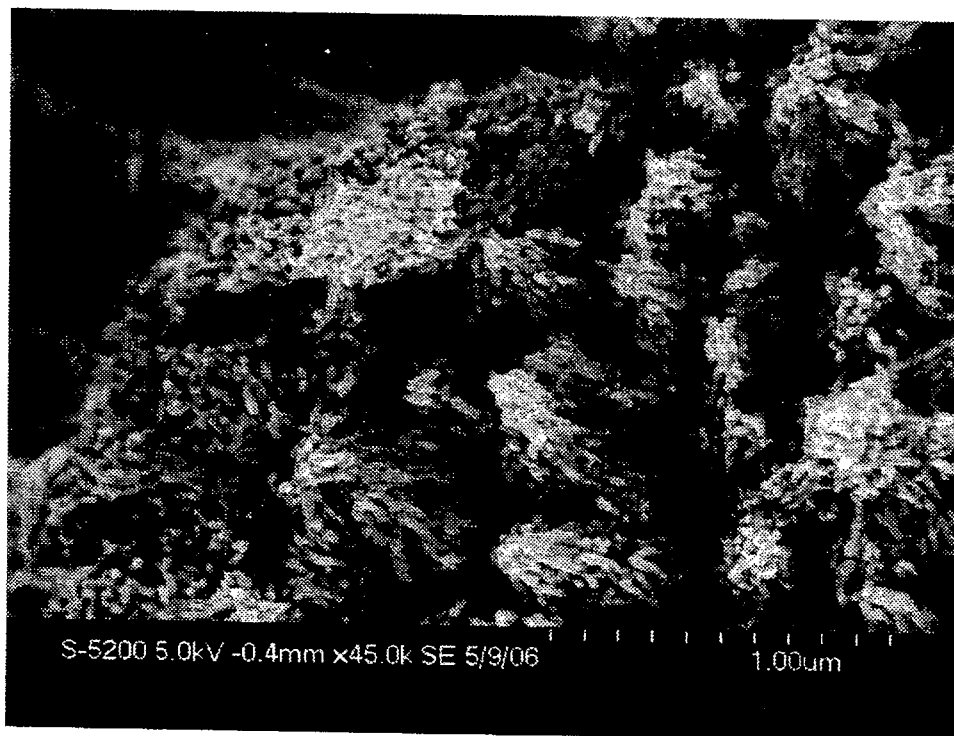


图 2

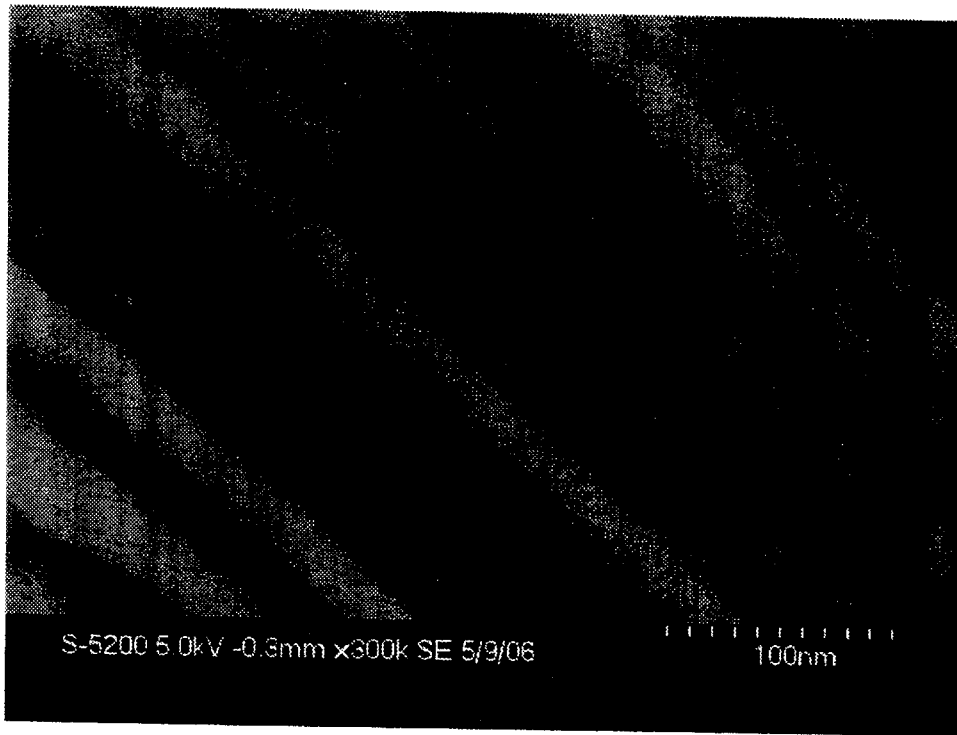


图 3