



# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 02144989.9

[43] 公开日 2004 年 7 月 7 日

[11] 公开号 CN 1510170A

[22] 申请日 2002.12.23 [21] 申请号 02144989.9  
 [71] 申请人 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所  
 地址 130022 吉林省长春市人民大街 140 号  
 [72] 发明人 王维彪

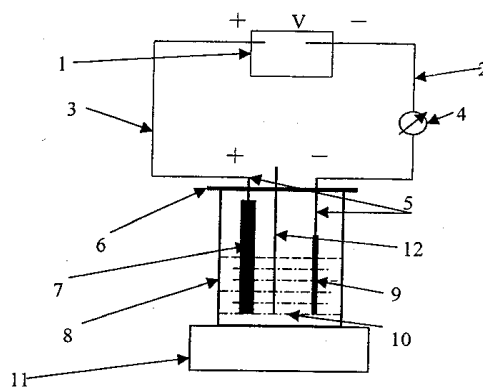
[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公  
 司  
 代理人 梁爱荣

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

[54] 发明名称 一种纳米碳网的合成方法

[57] 摘要

本发明涉及一种碳纳米结构的液相合成方法，特别是涉及网状碳纳米结构。首先将阳极、阴极放入有机溶液中；再加入适当催化剂；并在阳极、阴极上通以高压和直流电流并经过一定时间的电解后，在阴极上形成纳米碳网。本发明的优点是采用在阳极、阴极上通以几百到几千伏高电压，直流电流为 1 微安到几百毫安，用电量少；直接在阴极上形成纳米碳网，无需分离提纯，解决了背景技术中杂质多需要采用分离提纯；纳米碳网中的纤维粗细均匀。由于合成时所需生长温度低，故对阴极要求低。无需贵重设备、成本低。纳米碳网无需移植取向，可大面积定域生长，产额较高。本发明提供了一种纳米碳网的合成制备方法，可应用于碳基电子器件、传感器、材料改性等技术领域。



ISSN 1008-4274

1、一种纳米碳网的合成方法，其特征在于：首先用石墨作阳极，用导电材料作阴极；将阳极、阴极放入具有一定导电能力的和易极化的有机溶剂中并在阳极、阴极上通以 500 伏到 10000 伏电解电压、1 微安到 100 毫安的直流电流进行一定时间的预电解；同时对有机溶剂加温到 40~70℃；在有机溶剂中加入含有苯环结构或易形成苯环结构等的有机溶质，继续升高阳极、阴极上电解电压并维持电流不变；经过一定时间的电解后，在 300—400℃温度范围内进行退火，最后在阴极上形成纳米碳网结构。

## 一种纳米碳网的合成方法

**技术领域：**本发明属于纳米材料技术领域，涉及一种碳纳米结构的液相合成方法，特别是涉及网状碳纳米结构。

**背景技术：**现行方法中的有机源化学气相沉积方法：它在适当的催化剂条件下高温分解源材料甲烷或乙炔等，在衬底上生长纳米碳网状结构，其缺点是耗电量大、温度高、杂质多、对衬底要求高。激光融覆方法：即用高功率脉冲准分子激光加热石墨靶，使石墨蒸发到衬底上来制备纳米碳网。其缺点是设备价格高、温度高、杂质多。热处理法：即用聚合物纤维在适当的条件下退火，进行脱氢处理，形成纳米碳网。其缺点是工艺复杂、退火温度高、设备要求多。

**本发明的详细内容：**为了解决背景技术耗电量大、分离提纯、温度高、对衬底要求高、产额低的问题，本发明的目的是要提供一种纳米碳网的合成方法。

本发明合成纳米碳网的制作步骤：

首先用石墨作阳极，用导电材料作阴极；将阳极、阴极放入具有一定导电能力的和易极化的有机溶剂中并在阳极、阴极上通以 500 伏到 10000 伏电解电压、1 微安到 100 毫安的直流电流进行一定时间的预电解；同时对有机溶剂加温到 40~70℃；在有机溶剂中加入含有苯环结构或易形成苯环结构等的有机溶质，继续升高阳极、阴极上电解电压并维持电流不变；经过一定时间的电解后，在 300—400℃温

度范围内进行退火，最后在阴极上形成纳米碳网结构。

本发明的优点是采用在阳极、阴极上通以几百到几千伏高电压，直流电流为1微安到几百毫安，用电量少；直接在阴极上形成纳米碳网，无需分离提纯，解决了背景技术中杂质多需要采用分离提纯；纳米碳网中的纤维粗细均匀。由于合成时所需生长温度低，故对阴极要求低。无需贵重设备、成本低。纳米碳网无需移植取向，可大面积定域生长，产额较高。本发明提供了一种纳米碳网的合成制备方法，可应用于碳基电子器件、传感器、材料改性等技术领域。

#### 附图说明：

图1是本发明的一个实施例所用装置示意图

#### 具体实施方式：

本实施例所用装置如图1所示：高压电源1，导线2、3，电流表4，支架5，盖板6，阳极7，电解池8，阴极9，电解液10，可控温电加热器11，温度计12，支架13。支架5采用导电金属材料。盖板6采用绝缘材料。阳极7固定在支架5上。阴极9固定在支架13上。

本发明的实施例：

#### 实施例1：

1、阳极7采用石墨制成，并将石墨通过支架5固定在盖板6上，用导线2将阳极7和高压电源1的正极相连；

2、阴极9采用硅材料制成，尺寸为宽2厘米、高度为6厘米、厚度为0.5厘米。在阴极9的下端距离电解池8的底部为0.5厘米。用导线3将阴极9和高压电源1负极连接。阳极和阴极之间的间距为

1 厘米；

3、用甲醇作有机溶剂，用量随电解池的体积而定，有机溶剂的用量与阴极衬底的尺寸和在电解池中的位置有关。有机溶剂的量以淹没阴极衬底为宜。电解池的体积选择为直径为 12 厘米、高 15 厘米。在电解池中加入有机溶剂甲醇的高度为 6 厘米；用 11 对电解液加热到 40℃，温度由 12 观察；

4、接通高压电源 1 进行预电解，选择时间为 3 小时、电压为 500V、电流维持 10 毫安。电解 3 小时后，在有机溶剂甲醇中加入有机溶质苯 30 毫升；

5、继续升高高压电源 1 至 3500 伏、电流维持 5 毫安，继续电解 4 小时；

6、关闭高压电源 1 使电解结束，将阴极在 400℃ 的温度下退火 20 分钟，并用氢气保护，最后阴极衬底上形成纳米碳网结构。

**实施例 2：**步骤 1 与实施例 1 相同。

2、阴极 9 采用硅材料制成，尺寸为宽 2 厘米、高度为 6 厘米、厚度为 0.5 厘米。在阴极 9 的下端距离电解池 8 的底部为 0.5 厘米。用导线 3 将阴极 9 和高压电源 1 负极连接。阳极和阴极之间的间距为 2 厘米；

3、用乙二醇作有机溶剂，用量随电解池的体积而定，有机溶剂的用量与阴极衬底的尺寸和在电解池中的位置有关。有机溶剂的量以淹没阴极衬底为宜。电解池的体积选择为直径为 12 厘米、高 15 厘米。在电解池中加入有机溶剂乙二醇的高度为 6 厘米；用 11 对电解液加

热到 70℃，温度由 12 观察；

4、接通高压电源 1 进行预电解，选择时间为 3 小时、电压为 1500V、电流维持 10 毫安。电解 5 小时后，在有机溶剂乙二醇中加入有机溶质苯 40 毫升；

5、继续升高高压电源 1 至 10000 伏、电流维持 100 微安，继续电解 4 小时；

6、关闭高压电源 1 使电解结束，将阴极在 300℃的温度下退火 20 分钟，并用氢气保护，最后阴极衬底上形成纳米碳网结构。

**实施例 3：**步骤 2 以外，其它步骤与实施例 1 相同

步骤 2、阴极 9 采用钼材料制成，尺寸为宽 3 厘米、高度为 6 厘米、厚度为 0.2 厘米。在阴极 9 的下端距离电解池 8 的底部为 0.5 厘米。用导线 3 将阴极 9 和高压电源 1 负极连接。阳极和阴极之间的间距为 1 厘米。

有机溶剂还可以采用仲丁醇、乙醇、异丙醇等等。有机溶质也可采用心环苯、晕苯、卵苯、葱等等。

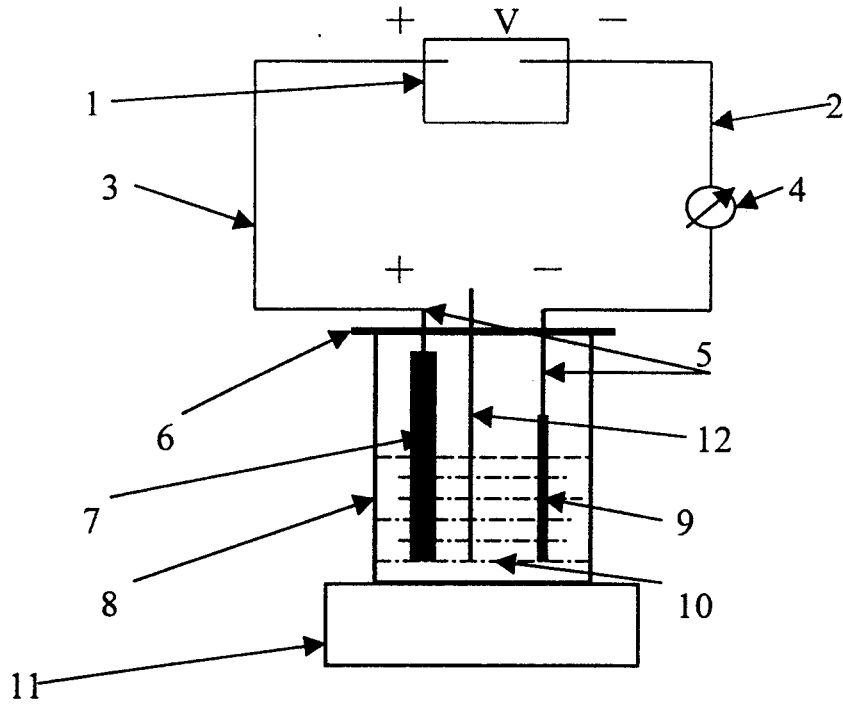


图 1