(19) 中华人民共和国国家知识产权局



(12) 发明专利申请



(10) 申请公布号 CN 113102765 A (43) 申请公布日 2021.07.13

(21) 申请号 202110369153.3

(22)申请日 2021.04.06

(71) **申请人** 中科院过程工程研究所南京绿色制造产业创新研究院

地址 211135 江苏省南京市麒麟科创园创 研路266号人工智能产业园5号楼1-2 层

申请人 南京中科格特康科技有限公司

(72) 发明人 胡超权 宋洋 李琳 马猛

(74) **专利代理机构** 北京品源专利代理有限公司 11332

代理人 巩克栋

(51) Int.CI.

B22F 9/24 (2006.01) *B22F 1/00* (2006.01) B01J 23/72 (2006.01) B01J 35/02 (2006.01) B01J 35/10 (2006.01)

B82Y 30/00 (2011.01) *B82Y 40/00* (2011.01)

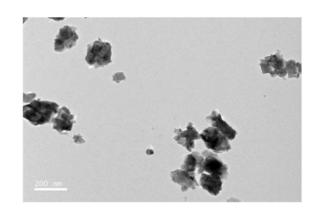
权利要求书2页 说明书7页 附图2页

(54) 发明名称

一种铜纳米球颗粒及其制备方法和用途

(57) 摘要

本发明提供了一种铜纳米球颗粒及其制备方法和用途。所述制备方法包括以下步骤:(1)将铜金属盐溶液和封端剂进行一次混合,得到第一混合溶液;(2)将步骤(1)所述第一混合溶液和还原剂进行二次混合,得到第二混合溶液,然后对第二混合溶液进行溶剂热反应,得到所述铜纳米球颗粒。本发明采用无毒醇类做溶剂,安全、环保、经济,且操作简单、易控制,是一种环境友好操作简单的制备方法,同时制备得到的铜纳米球颗粒具有较高比表面积以及更多的活性位点。



- 1.一种铜纳米球颗粒的制备方法,其特征在于,所述制备方法包括以下步骤:
- (1)将铜金属盐溶液和封端剂进行一次混合,得到第一混合溶液;
- (2) 将步骤(1) 所述第一混合溶液和还原剂进行二次混合,得到第二混合溶液,然后对第二混合溶液进行溶剂热反应,得到所述铜纳米球颗粒。
- 2.根据权利要求1所述的铜纳米球颗粒的制备方法,其特征在于,步骤(1)所述铜金属 盐溶液中的铜金属盐与封端剂的摩尔比为10:1~1:1,优选为10:1~4:1;

优选地,步骤(1)所述铜金属盐溶液的摩尔浓度为2~10mmo1/1:

优选地,步骤(1)所述铜金属盐溶液中的铜金属盐包括乙酰丙酮铜、硫酸铜或氯化铜中的任意一种或至少两种的组合;

优选地,步骤(1)所述铜金属盐溶液中的溶剂包括甲醇、乙醇、乙二醇或丙三醇的任意一种或至少两种的组合:

优选地,所述封端剂包括聚乙烯吡咯烷酮、油胺或聚(乙二醇)-block-聚(丙二醇)block-聚(乙二醇)中的任意一种或至少两种的组合。

3.根据权利要求1或2所述的铜纳米球颗粒的制备方法,其特征在于,步骤(1)所述一次混合的方法包括超声和/或搅拌;

优选地,步骤(1)所述一次混合的时间为10~30min。

4.根据权利要求1-3任一项所述的铜纳米球颗粒的制备方法,其特征在于,步骤(2)所述还原剂与步骤(1)所述铜金属盐溶液中的铜金属盐的摩尔比为5:1~50:1,优选为15:1~50:1;

优选地,步骤(2)所述还原剂包括草酸、柠檬酸钠或丙烯酸中的任意一种或至少两种的组合。

5.根据权利要求1-4任一项所述的铜纳米球颗粒的制备方法,其特征在于,步骤(2)所述二次混合的方法包括超声和/或搅拌;

优选地,步骤(2)所述二次混合的时间为10~30min;

优选地,步骤(2)所述溶剂热反应的温度为100~220°C,优选为140~220°C:

优选地,步骤(2)所述溶剂热反应的时间为5~25h,优选为6~12h。

6.根据权利要求1-5任一项所述的铜纳米球颗粒的制备方法,其特征在于,步骤(2)所述溶剂热反应结束后,继续依次进行洗涤、离心和干燥操作;

优选地,所述离心的转速为2000~8000rpm/min,优选为2000~4000rpm/min;

优选地,所述干燥的温度为40~80°,优选为50~60°;

优选地,所述干燥的时间为4~16h,优选为6~12h。

- 7.根据权利要求1-6任一项所述的铜纳米球颗粒的制备方法,其特征在于,所述制备方法包括以下步骤:
- (1)将摩尔浓度为2~10mmo1/1铜金属盐溶液和封端剂超声10~30min,其中,铜金属盐溶液中的铜金属盐与封端剂的摩尔比为10:1~4:1,得到第一混合溶液;
- (2) 将步骤(1) 所述混合溶液和还原剂进行超声10~30min,其中,还原剂与步骤(1) 所述铜金属盐溶液中的铜金属盐的摩尔比为15:1~50:1,得到第二混合溶液,将第二混合溶液在140~220℃进行溶剂热反应6~12h,洗涤,以2000~4000rpm/min的转速进行离心,最后在50~60℃下干燥6~12h,得到所述铜纳米球颗粒;

其中,步骤(1)所述铜金属盐溶液中的铜金属盐包括乙酰丙酮铜、硫酸铜或氯化铜中的 任意一种或至少两种的组合;

步骤(1)所述铜金属盐溶液中的溶剂包括甲醇、乙醇、乙二醇或丙三醇的任意一种或至少两种的组合;所述封端剂包括聚乙烯吡咯烷酮、油胺或聚(乙二醇)-block-聚(丙二醇)-block-聚(乙二醇)中的任意一种或至少两种的组合;步骤(2)所述还原剂包括草酸、柠檬酸钠或丙烯酸中的任意一种或至少两种的组合。

- 8.一种铜纳米球颗粒,其特征在于,所述铜纳米球颗粒由权利要求1-7任一项所述的铜纳米球颗粒的制备方法制得。
- 9.根据权利要求8所述的铜纳米球颗粒,其特征在于,所述铜纳米球颗粒的直径为50~900nm。
- 10.一种铜纳米球颗粒的用途,其特征在于,所述用途包括将权利要求8或9所述的铜纳米球颗粒用于催化反应。

一种铜纳米球颗粒及其制备方法和用途

技术领域

[0001] 本发明属于纳米材料的技术领域,涉及一种铜纳米球颗粒及其制备方法和用途。

背景技术

[0002] 催化是当今医药卫生、食品生产、发动机燃料的支柱技术,是现代化学工业的基石。而在催化反应中,催化剂的选择尤为关键。随着纳米技术的不断发展,研究者发现纳米金属颗粒由于具有较大的比表面积以及较高的活性位点,展现出较高的催化性能。目前比较常见的纳米金属催化剂为Au、Pt等贵金属材料,但由于在催化过程中会存在催化剂的损耗等问题,造成成本耗费较高。

[0003] 为了解决此问题,研究者提出以Cu为原料制备金属纳米材料,此种材料将会显著降低成本,有着较为广阔的应用前景。到目前为止,国内外制备金属纳米球的主要方法为高温加热、电解法以及还原法制备。然而,加热法工艺复杂,产品在空气中容易氧化,甚至发生爆炸,电解法工艺比较难掌握,不适合大规模生产。

[0004] CN102941350A公开了一种纳米铜粉的合成方法。具体采用铜的化合物在有机溶剂中高温条件下进行热分解反应制备纳米铜粉。具体方法包括:1) 称量铜的化合物溶解在有机溶剂中,制成铜溶液;所述的铜的化合物为硫酸铜、硝酸铜、醋酸铜、氯化铜、乙酰丙酮铜或油酸铜;铜的化合物与有机溶剂的质量比为1:(2-60);所述的有机溶剂为十八烯、十六烯、油胺或油酸中的一种或几种;2) 将步骤1) 制成的铜溶液在惰性气体的环境中,搅拌加热、反应;其中加热到的反应温度为240~350℃;反应所用的时间为10—80分钟;3) 将经步骤2) 反应后得到的溶液冷却,然后加入清洗剂洗涤并离心,倒掉上层液体,放入烘箱烘干即得纳米铜粉。然而,该文献所提供的加热法工艺复杂,产品在空气中容易氧化,甚至发生爆炸,安全性不能得到保证。

[0005] CN111705338A公开了一种纳米铜粉体的制备方法,方法包括:用于制备该纳米铜粉体的电解液为硫酸铜、柠檬酸钠和磷酸钠的混合溶液,工作电极为废弃回收的铜材,铂网为对电极,先将电解液除氧,然后用恒流电源对工作电极施加恒电流,待铂网上沉积足够的铜粉后,取下铂网,将其密闭在无水乙醇中超声清洗,接着抽滤、干燥,得到平均粒径为30~85nm的紫红色纳米铜粉体。该文献提供的电解法制备纳米铜,难以实现大规模的生产。

[0006] 还原法是目前工业中最常用的方法,然而由于还原剂有可能会存在毒性,且反应时间较长等问题。

[0007] 因此,如何寻找一种简单、高效且安全无毒的方法,来制备得到高比表面积且具有较多的活性位点的铜纳米球颗粒,是亟待解决的技术问题。

发明内容

[0008] 本发明的目的在于提供一种铜纳米球颗粒及其制备方法和用途。本发明采用无毒醇类做溶剂,安全、环保、经济,且操作简单、易控制,是一种环境友好操作简单的制备方法,同时制备得到的铜纳米球颗粒具有较高比表面积以及更多的活性位点。

[0009] 为达到此发明目的,本发明采用以下技术方案:

[0010] 第一方面,本发明提供一种铜纳米球颗粒的制备方法,所述制备方法包括以下步骤:

[0011] (1)将铜金属盐溶液和封端剂进行一次混合,得到第一混合溶液;

[0012] (2) 将步骤(1) 所述第一混合溶液和还原剂进行二次混合,得到第二混合溶液,然后对第二混合溶液进行溶剂热反应,得到所述铜纳米球颗粒。

[0013] 采用本发明所提供的制备方法,通过先将铜金属盐溶液和封端剂进行混合,利用封端剂设计和控制纳米晶的形状,通过调整反应条件控制纳米形貌,再加入还原剂,将铜金属盐还原为金属铜,最终可以得到比表面积较大且活性位点较多的铜纳米球颗粒。同时,本发明所提供的制备方法,操作简单、易控制,且对环境友好,适宜大规模生产。

[0014] 优选地,步骤(1)所述铜金属盐溶液中的铜金属盐与封端剂的摩尔比为 $10:1\sim1:1$,例如10:1、9:1、8:1、7:1、6:1、5:1、4:1、2:1或<math>1:1等,优选为 $10:1\sim4:1$ 。

[0015] 本发明中,铜盐与封端剂的摩尔比不能过大也不能过小,过大或过小都导致金属球的尺寸达到微米级别,且在10:1~4:1时,铜纳米球颗粒的颗粒更加均匀。

[0016] 优选地,步骤(1)所述铜金属盐溶液的摩尔浓度为2~10mmo1/1,例如2mmo1/1、3mmo1/1、4mmo1/1、5mmo1/1、6mmo1/1、7mmo1/1、8mmo1/1、9mmo1/1或10mmo1/1等。

[0017] 优选地,步骤(1)所述铜金属盐溶液中的铜金属盐包括乙酰丙酮铜、硫酸铜或氯化铜中的任意一种或至少两种的组合。

[0018] 优选地,步骤(1)所述铜金属盐溶液中的溶剂包括甲醇、乙醇、乙二醇或丙三醇的任意一种或至少两种的组合。

[0019] 本发明中,所使用的溶剂无毒安全,且环保经济。

[0020] 优选地,所述封端剂包括聚乙烯吡咯烷酮、油胺或聚(乙二醇)-block-聚(丙二醇)-block-聚(乙二醇)中的任意一种或至少两种的组合。

[0021] 优选地,步骤(1)所述混合的方法包括超声和/或搅拌。

[0022] 优选地,步骤(1)所述一次混合的时间为10~30min,例如10min、15min、20min、25min或30min等。

[0023] 优选地,步骤(2)所述还原剂与步骤(1)所述铜金属盐溶液中的铜金属盐的摩尔比为 $5:1\sim50:1$,例如 $5:1\sim10:1$ 、 $10:1\sim10:1$ 、 $10:1\sim10:1$ 、 $10:1\sim10:1$ (选为 $10:1\sim10:1$)。

[0024] 本发明中,还原剂与铜盐的摩尔比过大会导致金属球发生堆积,过小会导致铜盐无法完全还原为金属铜。

[0025] 优选地,步骤(2)所述还原剂包括草酸、柠檬酸钠或丙烯酸中的任意一种或至少两种的组合。

[0026] 优选地,步骤(2)所述混合的方法包括超声和/或搅拌。

[0027] 优选地,步骤(2)所述二次混合的时间为10~30min,例如10min、15min、20min、25min或30min等。

[0028] 优选地,步骤(2)所述溶剂热反应的温度为100~220℃,例如100℃、110℃、120℃、130℃、140℃、150℃、160℃、170℃、180℃、190℃、200℃、210℃或220℃等,优选为140~220℃。

[0029] 本发明中,溶剂热的反应温度过高会导致反应失活,过低会导致反应不完全。

[0030] 优选地,步骤(2)所述溶剂热反应的时间为5~25h,例如5h、6h、8h、10h、12h、14h、15h、16h、18h、20h、22h、24h或25h等,优选为6~12h。

[0031] 优选地,步骤(2)所述溶剂热反应结束后,继续依次进行洗涤、离心和干燥操作。

[0032] 优选地,所述离心的转速为2000~8000rpm/min,例如2000rpm/min、3000rpm/min、4000rpm/min、5000rpm/min、6000rpm/min、7000rpm/min或8000rpm/min等,优选为2000~4000rpm/min。

[0033] 优选地,所述干燥的温度为40~80℃,例如40℃、50℃、60℃、70℃或80℃等,优选为50~60℃。

[0034] 优选地,所述干燥的时间为 $4\sim16h$,例如4h、5h、6h、8h、10h、12h、14h、15h或16h等,优选为 $6\sim12h$ 。

[0035] 作为优选的技术方案,所述铜纳米球颗粒的制备方法包括以下步骤:

[0036] (1) 将摩尔浓度为 $2\sim10 \text{mmo}1/1$ 铜金属盐溶液和封端剂超声 $10\sim30 \text{min}$,其中,铜金属盐溶液中的铜金属盐与封端剂的摩尔比为 $10:1\sim4:1$,得到第一混合溶液;

[0037] (2) 将步骤 (1) 所述混合溶液和还原剂进行超声10~30min,其中,还原剂与步骤 (1) 所述铜金属盐溶液中的铜金属盐的摩尔比为15:1~50:1,得到第二混合溶液,将第二混合溶液在140~220℃进行溶剂热反应6~12h,洗涤,以2000~4000rpm/min的转速进行离心,最后在50~60℃下干燥6~12h,得到所述铜纳米球颗粒;

[0038] 其中,步骤(1)所述铜金属盐溶液中的铜金属盐包括乙酰丙酮铜、硫酸铜或氯化铜中的任意一种或至少两种的组合;

[0039] 步骤(1)所述铜金属盐溶液中的溶剂包括甲醇、乙醇、乙二醇或丙三醇的任意一种或至少两种的组合;所述封端剂包括聚乙烯吡咯烷酮、油胺或聚(乙二醇)-block-聚(丙二醇)-block-聚(乙二醇)中的任意一种或至少两种的组合;步骤(2)所述还原剂包括草酸、柠檬酸钠或丙烯酸中的任意一种或至少两种的组合。

[0040] 第二方面,本发明还提供一种铜纳米球颗粒,所述铜纳米球颗粒由第一方面所述的铜纳米球颗粒的制备方法制得。

[0041] 优选地,所述铜纳米球颗粒的直径为50~900nm,例如50nm、100nm、200nm、300nm、400nm、500nm、600nm、700nm、800nm或900nm等。

[0042] 第三方面,本发明还提供一种铜纳米球颗粒的用途,所述用途包括将第二方面所述的铜纳米球颗粒用于催化反应。

[0043] 相对于现有技术,本发明具有以下有益效果:

[0044] 本发明所提供的制备方法,可以得到球状的铜金属颗粒,且铜纳米球颗粒具有较高比表面积以及更多的活性位点,且直径范围在900nm内,同时进一步调节摩尔比与温度,可以使得铜纳米球颗粒的直径更小,达到300nm范围内,且比表面积在4.7m²/g及以上,且采用无毒醇类做溶剂,安全、环保、经济,且操作简单、易控制,是一种环境友好操作简单的制备方法。

附图说明

[0045] 图1实施例3所提供的铜纳米球颗粒的TEM电镜图。

- [0046] 图2实施例4所提供的铜纳米球颗粒的TEM电镜图。
- [0047] 图3实施例5所提供的铜纳米球颗粒的TEM电镜图。
- [0048] 图4对比例1所提供的铜纳米片的TEM电镜图。

具体实施方式

[0049] 下面通过具体实施方式来进一步说明本发明的技术方案。本领域技术人员应该明了,所述实施例仅仅是帮助理解本发明,不应视为对本发明的具体限制。

[0050] 实施例1

[0051] 本实施例提供一种铜纳米球颗粒。

[0052] 所述铜纳米球颗粒的制备方法如下:

[0053] (1) 将0.12mmo1氯化铜、0.02mmo1聚乙烯吡咯烷酮和20m1乙二醇溶液置于50m1烧杯中混合,超声30min至完全溶解,得到第一混合溶液;

[0054] (2) 在步骤(1) 所述第一混合溶液中加入0.324g(3.6mmol) 草酸,密封烧杯进行超声30min至完全溶解,得到第二混合溶液

[0055] (3) 将第二混合溶液放入不锈钢反应釜中密封,随后置于高温烘箱中在140℃下进行溶剂热反应12h;

[0056] (4)步骤(3)反应结束后,用乙二醇溶液对生成物进行洗涤,洗涤结束后在离心机中以4000rpm/min的转速离心10min,离心过后倒去上清液,重复进行3次离心分离操作,随后将离心出来的固体物质在40℃下干燥4h,得到所述铜纳米球颗粒。

[0057] 实施例2

[0058] 本实施例提供一种铜纳米球颗粒。

[0059] 所述铜纳米球颗粒的制备方法如下:

[0060] (1) 将0.12mmo1氯化铜、0.012mmo1油胺和20m1乙醇溶液置于50m1烧杯中混合,搅拌30min至完全溶解,得到第一混合溶液:

[0061] (2) 在步骤(1) 所述第一混合溶液中加入0.54g(6mmol) 草酸,密封烧杯进行搅拌30min至完全溶解,得到第二混合溶液;

[0062] (3) 将第二混合溶液放入不锈钢反应釜中密封,随后置于高温烘箱中在220℃下进行溶剂热反应6h;

[0063] (4)步骤(3)反应结束后,用乙二醇溶液对生成物进行洗涤,洗涤结束后在离心机中以3000rpm/min的转速离心10min,离心过后倒去上清液,重复进行3次离心分离操作,随后将离心出来的固体物质在60℃下干燥6h,得到所述铜纳米球颗粒。

[0064] 实施例3

[0065] 本实施例提供一种铜纳米球颗粒。

[0066] 所述铜纳米球颗粒的制备方法如下:

[0067] (1) 将0.12mmo1氯化铜、0.03mmo1聚(乙二醇) -block-聚(丙二醇) -block-聚(乙二醇) 和20m1丙三醇溶液置于50m1烧杯中混合,超声30min至完全溶解,得到第一混合溶液;

[0068] (2) 在步骤 (1) 所述第一混合溶液中加入0.162g (1.8mmol) 草酸,密封烧杯进行超声30min至完全溶解,得到第二混合溶液;

[0069] (3) 将第二混合溶液放入不锈钢反应釜中密封,随后置于高温烘箱中在170℃下进

行溶剂热反应10h;

[0070] (4)步骤(3)反应结束后,用丙三醇溶液对生成物进行洗涤,洗涤结束后在离心机中以4000rpm/min的转速离心10min,离心过后倒去上清液,重复进行3次离心分离操作,随后将离心出来的固体物质在40℃下干燥4h,得到所述铜纳米球颗粒。

[0071] 从图1可以看出,实施例3中形成了分散度较高且直径范围在100nm左右的铜纳米球颗粒。

[0072] 实施例4

[0073] 本实施例提供一种铜纳米球颗粒。

[0074] 所述铜纳米球颗粒的制备方法如下:

[0075] (1) 将0.12mmo1硫酸铜、0.12mmo1聚(乙二醇)-block-聚(丙二醇)-block-聚(乙二醇) 和20m1乙二醇溶液置于50ml烧杯中混合,超声10min至完全溶解,得到第一混合溶液:

[0076] (2) 在步骤(1) 所述第一混合溶液中加入0.054g(0.6mmol) 草酸,密封烧杯进行超声30min至完全溶解,得到第二混合溶液;

[0077] (3) 将第二混合溶液放入不锈钢反应釜中密封,随后置于高温烘箱中在100℃下进行溶剂热反应25h;

[0078] (4)步骤(3)反应结束后,用乙二醇溶液对生成物进行洗涤,洗涤结束后在离心机中以4000rpm/min的转速离心10min,离心过后倒去上清液,重复进行3次离心分离操作,随后将离心出来的固体物质在80℃下干燥4h,得到所述铜纳米球颗粒。

[0079] 从图2可以看出,实施例4中形成了直径大约为500nm的铜颗粒。

[0080] 实施例5

[0081] 本实施例提供一种铜纳米球颗粒。

[0082] 所述铜纳米球颗粒的制备方法如下:

[0083] (1) 将0.12mmo1乙酰丙酮铜、0.012mmo1油胺和20m1乙二醇溶液置于50m1烧杯中混合,超声30min至完全溶解,得到第一混合溶液:

[0084] (2) 在步骤(1) 所述第一混合溶液中加入0.6g柠檬酸钠,封烧杯超声30min至完全溶解,得到第二混合溶液:

[0085] (3) 将第二混合溶液放入不锈钢反应釜中密封,随后置于高温烘箱中在200℃反应温度下进行溶剂热反应14h;

[0086] (4) 反应完毕后取出反应釜,待反应釜冷却后,将釜内溶液倒入烧杯中,用乙二醇倒入烧杯中对生成物进行洗涤,洗涤后进行4000rpm/min离心操作20min,离心过后倒去上清液,重复进行3次离心分离操作。结束后将固体物质装入试管中,放入真空干燥箱。在40℃条件下干燥4h,干燥完毕,得到所述铜纳米球颗粒。

[0087] 从图3可以看出,实施例5中形成了直径大约为50~200nm的铜纳米颗粒。

[0088] 实施例6

[0089] 本实施例与实施例1的区别为,本实施例步骤(1)中聚乙烯吡咯烷酮的摩尔量为 0.01mmo1/L。

[0090] 其余制备方法与参数与实施例1保持一致。

[0091] 实施例7

[0092] 本实施例与实施例1的区别为,本实施例步骤(1)中聚乙烯吡咯烷酮的摩尔量为

0.18 mmo 1/L.

[0093] 其余制备方法与参数与实施例1保持一致。

[0094] 实施例8

[0095] 本实施例与实施例1的区别为,本实施例步骤(2)中草酸的质量为0.594g (6.6mmol)。

[0096] 其余制备方法与参数与实施例1保持一致。

[0097] 实施例9

[0098] 本实施例与实施例1的区别为,本实施例步骤(2)中草酸的质量为0.032g (0.36mmo1)。

[0099] 其余制备方法与参数与实施例1保持一致。

[0100] 实施例10

[0101] 本实施例与实施例1的区别为,本实施例步骤(3)中溶剂热的反应温度为80℃。

[0102] 其余制备方法与参数与实施例1保持一致。

[0103] 对比例1

[0104] 本对比例得到一种纳米片状的铜金属材料。

[0105] 所述铜金属材料的制备方法与实施例1的区别为,将步骤(1)和步骤(2)的操作合为一步,具体方法如下:

[0106] 将0.12 mmol 氯化铜、0.324 g (3.6 mmol) 草酸、0.02 mmol 聚乙烯吡咯烷酮和20 ml 乙二醇溶液置于50 ml 烧杯中混合,超声30 min 至完全溶解,得到混合溶液;

[0107] 在此基础上,其余制备方法与参数与实施例1保持一致。

[0108] 从图4可以看出,对比例1中得到的为纳米片状的铜金属材料,未得到铜纳米球颗粒。

[0109] 表1为实施例1-10所提供的铜纳米球颗粒的直径以及实施例1-10产品的比表面积 (对比例1中未得到铜纳米球颗粒)。

[0110] 表1

		直径(nm)	比表面积(m²/g)
[0111]	实施例1	200	5.5
	实施例 2	100~300	4.7
	实施例 3	100	14
	实施例 4	500	2.9
	实施例 5	50~200	6.5
	实施例 6	850	0.9
	实施例7	800	1.7
	实施例 8	900	0.9
[0112]	实施例 9	300	0.4
	实施例 10	300	0.07
	对比例 1	/	/

[0113] 从实施例1与实施例6和7的数据结果可知,当铜盐与封端剂的摩尔比过大或过小时,所得到的铜纳米球颗粒的直径都会增大。

[0114] 从实施例1与实施例8和9的数据结果可知,当还原剂与铜盐的摩尔比过大时,所得到的铜纳米球颗粒的直径会明显增大;当还原剂与铜盐的摩尔比过小时,所得的铜纳米球的比表面积会明显减小。

[0115] 从实施例1与实施例10的数据结果可知,当溶剂热的反应温度过低时,会导致铜纳米球颗粒的比表面积大幅度下降。

[0116] 从实施例1与对比例1的数据结果可知,当铜盐溶液、还原剂和封端剂同时混合时,不能得到球状的铜纳米颗粒。

[0117] 综上所述,当铜盐溶液先与封端剂进行混合,进行结构调控,再加入还原剂,才可以得到铜纳米球颗粒,且直径范围在900nm内,同时进一步调节摩尔比与温度,可以使得铜纳米球颗粒的直径更小,达到300nm范围内,且比表面积在4.7m²/g及以上。

[0118] 申请人声明,以上所述仅为本发明的具体实施方式,但本发明的保护范围并不局限于此,所属技术领域的技术人员应该明了,任何属于本技术领域的技术人员在本发明揭露的技术范围内,可轻易想到的变化或替换,均落在本发明的保护范围和公开范围之内。

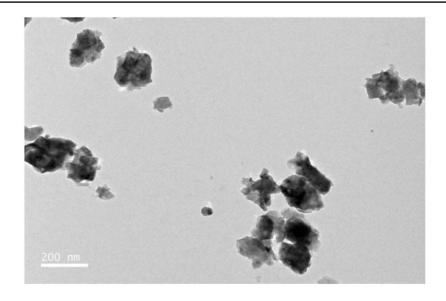


图1

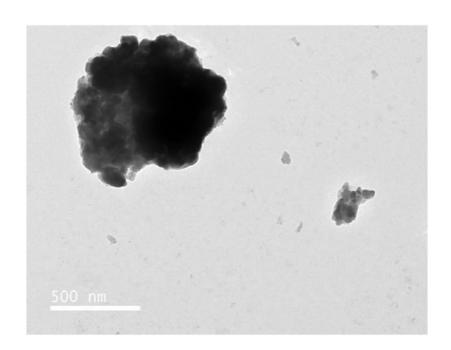


图2

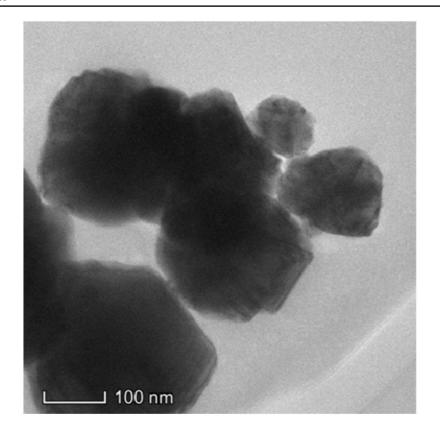


图3

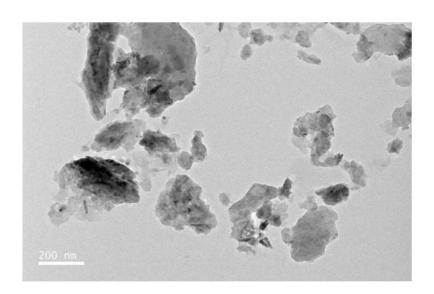


图4