短篇论著

DOI:10.16016/j.1000-5404.201409039

# 不同制样溶剂及基底对纳米银线扫描电镜观测效果的影响

路 菊,黄 毅,位全芳 (400038 重庆,第三军医大学科研部生物医学分析测试中心)

[摘要] **目的** 选用不同溶剂和基底进行纳米银线扫描电镜样品制备,探讨不同制样溶剂及基底对纳米银线扫描电镜观测的影响。**方法** 选用去离子水和乙醇作为纳米银线的分散剂,样本充分混匀后,分别滴加在盖玻片和云母片上进行制样,用扫描电镜观察效果。**结果** 以去离子水对样品进行分散,盖玻片为基底的制样方法,纳米银线出现成片的聚积和重叠。而采用乙醇为分散剂,云母片为基底进行制样时,纳米银线分散均匀,易于外部形貌的观测。**结论** 选择乙醇为溶剂,云母片为基底,制样方便快捷,能够获得理想的扫描电镜观测效果。

[关键词] 溶剂;基底;纳米银线;扫描电镜;样品制备
[中图法分类号] R312 [文献标志码] A

纳米银是利用前沿纳米技术将银纳米化,做到纳米级的金属银单质。纳米银作为一种新兴的功能材料,具有纳米粒子比表面积大、表面活性高、催化性能优良等特性[1],使其在功能纳米器件、新能源、分子生物传感器及抗菌技术等领域得到了广泛应用[2-3]。由于纳米银材料的性能与其形貌、尺寸、结构等密切相关,因此制备形貌可控的纳米银线已成为目前研究的热点。纳米银线的制备方法较多,且对温度、压强、催化剂等敏感[4-5],需要不断地摸索和改进。因此,选择合适的检测手段对制备出的纳米银线进行快速有效的表征分析,对制样方法及时提供反馈信息,才能达到理想的制备效果。

纳米银线扫描电镜样本的制备方法相对简单,但也是其表征观察十分关键的步骤,样品制备的好坏直接影响实验结果成像质量和测量的准确性[6]。为了便于扫描电镜的观察,纳米银线需要在合适的溶剂中进行稀释和分散,使样品在溶剂中分布均匀,并在基底上进行制样。因此制样溶剂和基底选择对最终成像效果至关重要。本研究采用扫描电镜对纳米银线进行观测,探讨了不同的分散溶剂和基底对其观测的影响。该方法旨在为进一步研究样本的性能及应用提供实验依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

纳米银线由本实验室采用化学还原法制备,去离子水,无水乙醇(分析纯,成都科龙),盖玻片,云母片(北京中镜科仪)。

### 1.2 样本的制备和观察

1.2.1 样本的制备 扫描电镜的样品制备必须使样本分散且相对均匀分布才能对单根纳米银线进行观察和测定。通过溶剂的作用使纳米银线合理地分散在溶剂中,通过电荷排斥原理使各种固体稳定地悬浮在溶剂中,而后滴加在基底表面上,使溶剂在自然状态下蒸发并彻底干燥后即可进行后续的处理和观察。

本实验分别选用去离子水和乙醇作为溶解纳米银线的溶剂,样本充分混匀后,分别滴加在盖玻片和新鲜剥离的云母片上进行制样,样本自然晾干。

1.2.2 样本的观察 样本充分干燥后,分别将滴加有纳米银线的盖玻片和云母基底片粘附在导电胶上,经离子溅射仪喷金镀膜,日立 S-3400N 型扫描电镜观察并拍照,加速电压 15 kV。

## 2 结果

### 2.1 以盖玻片为基底进行纳米银线扫描电镜样本制备

将纯化后的纳米银线分别溶解在去离子水和无水乙醇中,充分混匀后滴加在盖玻片上,喷金镀膜后进行成像观察。图 1A 为用去离子水为溶剂进行制样处理的纳米银线,可见纳米银线之间出现严重的粘连、聚积和重叠现象,严重影响观察效果。图 1B 为用乙醇为溶剂进行制样处理的纳米银线,纳米银线之间的粘连有所改善,但仍有较明显聚积和重叠现象,且整个样本背底模糊不清晰,不利于进一步获得单根纳米银线的尺寸形态等信息。

### 2.2 以云母片为基底进行纳米银线扫描电镜样本制备

将纯化后的纳米银线分别溶解在去离子水和无水乙醇中,充分混匀后滴加在新鲜剥离的云母片上,扫描电镜观察。图 2A 显示用去离子水为溶剂制样的纳米

[通信作者] 位全芳,E-mail: jiaxiang9000@163.com
[优先出版] http://www.cnki.net/kcms/detail/51.1095.R.20141205.1531.086.html(2014-12-05)

银线在云母基底上已经能够分散均匀,堆积和重叠现象减少,纳米银线之间的粘连已经完全消失。云母片为基底进行纳米银线扫描电镜样本制备,纳米银线图像背底清晰平整,样本三维立体效果较好,与之前在盖玻片上的聚集现象相比,已经有很大改善,可以较为清楚地观测到纳米银线在云母片上的分散情况,但仍然存在局部的聚集现象,效果不甚理想。图 2B 显示用乙醇为溶剂进行制样处理的纳米银线在云母片上分布均匀,呈现较好的分散状态,没有出现大面积的重叠和堆积现象,因此可以在样品上进行随机采样成像,并方便地进行单根纳米银线的形貌分析。

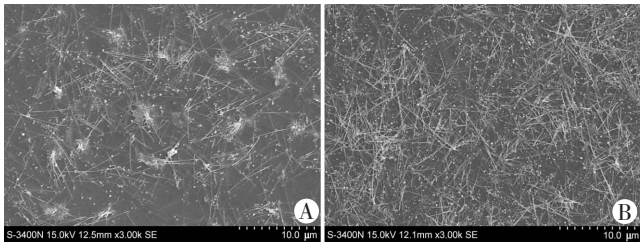



**图 1 去离子水(A)和无水乙醇(B)分散的纳米银线样本在盖玻片上扫描电镜效果对比** (SEM ×3 000)

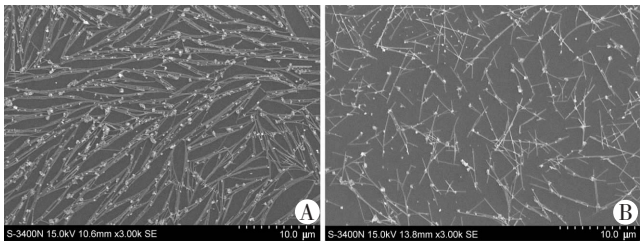



**图 2 去离子水(A)和无水乙醇(B)分散的纳米银线样本在云母片上扫描电镜效果对比** (SEM ×3 000)

## 3 讨论

纳米银线是银材料在纳米尺度上的一种特殊构造,使银在纳米状态下的功能产生了新的飞跃。目前,扫描电镜是纳米材料形貌、微结构和尺寸分析最常用的仪器[7]。相对于其他检测设备,扫描电镜具有许多优势。扫描电镜分析制样方法相对简便、快速,结果直观,容易获得且观察视野大,可提供从数纳米到毫米范围内的形貌像观察。因此扫描电镜如同人类在微观世界的眼和手,对纳米材料的研究起到了巨大推动作用。

以往研究中,扫描电镜的制样基底最常用的是盖玻片。盖玻片价格低廉,处理方便且简单易得,因此常作为吸附基底用于样本表面形貌的观察。同时,由于去离子水简便易得、性质稳定,也是纳米材料常用的分散溶剂。近几年来,单一用去离子水和盖玻片来进行纳米材料的简单制样,已经不能满足扫描电镜观测的需要。本研究选用形貌特征比较典型且应用比较广的纳米银线作为实验对象,乙醇和去离子水为溶剂,分别在盖玻片和云母片上进行制样,探讨不同的溶剂和制样基底对纳米银线扫描电镜观测的影响,结果显示,以去离子水为溶剂进行制样的纳米银线在盖玻片和云母片基底上都出现了不同程度的聚集和重叠现象,其中在盖玻片上的聚集现象最为严重。而用乙醇为制样溶剂的纳米材料在不同基底上的分散情况有所改善,其中在云母片上分散效果较好,结果理想。且用乙醇作为溶剂,液体的表面张力小,蒸发速度快,样本可在短时间内迅速干燥,可以大大缩短制样时间。同样不同的制样基底对样本的分散状态也有非常重要的影响。云母片是一种层状的铝硅酸盐,新鲜剥离的云母片质地均匀,表面不易吸附杂质且可达到原子级的平整[8],因此,纳米银线在云母片上能够较好的分散,并均匀分布,便于进一步的检测和分析。同时以云母片作为基底,无需对其进行清洗、干燥等处理,只需经过快速解离就可以得到新鲜平整的表面进行制样。综上所述,选择新鲜剥离的云母片作为基底,乙醇作为制样溶剂既可减少基底处理时间,分散效果好,同时制样方便快捷,观测结果理想。

## 参考文献:

[1] Patra C R, Mukherjee S, Kotcherlakota R. Biosynthesized silver nanoparticles: a step forward for cancer theranostics? [J]. Nanomedicine (Lond), 2014, 9(10): 1445 - 1448.

[2] Yun K, Oh G, Vang M, *et al*. Antibacterial effect of visible light reactive TiO2/Ag nanocomposite thin film on the orthodontic appliances[J]. J Nanosci Nanotechnol, 2011, 11(8): 7112 - 7114.

[3] Roh J, Yi J, Kim Y. Rapid, reversible preparation of size-controllable silver nanoplates by chemical redox [J]. Langmuir, 2010, 26(14): 11621 - 11623.

[4] Wiley B, Sun Y, Mayers B, *et al*. Shape-controlled synthesis of metal nanostructures: the case of silver[J]. Chemistry, 2005, 11(2): 454 - 463.

[5] Li G, Tang X, Zhou S, *et al*. Morphological evolution, growth mechanism, and magneto-transport properties of silver telluride one-dimensional nanostructures[J]. Nanoscale Res Lett, 2013, 8(1): 356.

[6] Haider M, Hartel P, Muller H, *et al*. Information transfer in a TEM corrected for spherical and chromatic aberration[J]. Microsc Microanal, 2010, 16(4): 393 - 408.

[7] DeVetter B M, Bhargava R, Murphy C J. Computational study of the surface-enhanced Raman scattering from silica-coated silver nanowires[J]. Photochem Photobiol, 2014, 90(2): 415 - 418.

[8] Payal R S, Balasubramanian S. Effect of cation symmetry on the organization of ionic liquids near a charged mica surface [J]. J Phys Condens Matter, 2014, 26(28): 284101.

(**收稿**:2014-09-21;**修回**:2014-10-21)

(编辑 栾 嘉)