

文章编号: 0529-6579 (1999) 03-0131-02

醇热合成 BaTiO_3 纳米颗粒^{*}

王光国¹, 黄爱红¹, 龙军标¹, 吴明¹, 薛新民²

(1. 中山大学化学与化学工程学院, 广州 510275;

2. 广东工业大学实验中心, 广州 510090)

关键词: 醇热合成; BaTiO_3 ; 粒径

中图分类号: O 611.4 文献标识码: A

水热法可在温和条件下获得结晶完美的 BaTiO_3 粉体材料, 水热合成法合成 BaTiO_3 引起了广泛的关注^[1]. 由于溶剂热合成法可改变反应体系中的热力学性质和改变热液体系中的晶粒形态、甚至聚集状态, 可选择合适的溶剂热体系制备高性能的氧化物材料^[2]. 本工作主要比较研究了水、水/丁醇、丁醇热液体系中 BaTiO_3 的合成, 发现丁醇溶剂不仅可以改变 BaTiO_3 的聚集状态, 而且可抑制 BaTiO_3 晶粒的生长, 有助于活性高、烧结温度低的 BaTiO_3 纳米粉的合成^[3].

1 实验部分

分别将 KOH 加入到 30 mL 水、15 mL 水/15 mL 丁醇、30 mL 丁醇中, 溶解后, 再分别加入 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 和钛酸四丁酯. Ba、Ti 和 KOH 的表观浓度为 0.25 mol/L, 0.25 mol/L, 1.00 mol/L. 混合均匀后, 移入聚四氟乙烯衬不锈钢反应釜中, 170 °C 晶化 10 h, 过滤洗涤, 干燥得白色粉末. 粉末 X 射线衍射谱表明 3 个样品均为立方相的 BaTiO_3 . 用 TEM (透射电镜) 观察粉样的形状和粒径.

2 结果与讨论

从 TEM 图可见 (图 1a), 水热合成的 BaTiO_3 颗粒呈拟球形, 颗粒大小均匀, 颗粒平均尺寸约为 85 nm. 而在丁醇中, 晶体不仅成核均匀, 而且由于钛酸四丁酯的有机基团与醇中有机疏水端具有“相似相溶”的作用, 形成似反胶束的球形聚集体. 每一个聚集体的基本结构可表示为: (内)Ti—O—C(O)—R…R—OH(外)(R 为有机端的烷基). 因此首先成核的钛氧基元被限制在一个“微反应器”中, 阻碍晶体的生长, 可以利用醇热体系合成单分散的尺寸较小的粉体材料 (如图 1c).

在水-醇体系中颗粒大小不均, 有些颗粒互相团聚形成带孔的圆环. 由于在反应过程中, 部分钛生长基元在上述所谓的“微反应器”中, 部分则溶解在外围的水/醇混合体系

* 基金项目: 广东省自然科学基金 (950016) 资助项目

收稿日期: 1999-04-22 作者简介: 王光国, 男, 1966 年生, 硕士研究生 通讯联系人: 吴明

中, 因此获得的水热产物颗粒不均匀. 由于钛具有良好的亲水性, 且水解后的钛氧八面体生长基元与水相相溶, 可能形成似胶束的“(外)Ti—O—C(O)—R…R—OH(内)”聚集体. 在水热晶化过程中, 这种聚集体导致了形态为带孔圆环的颗粒团聚体 (如图 1b).

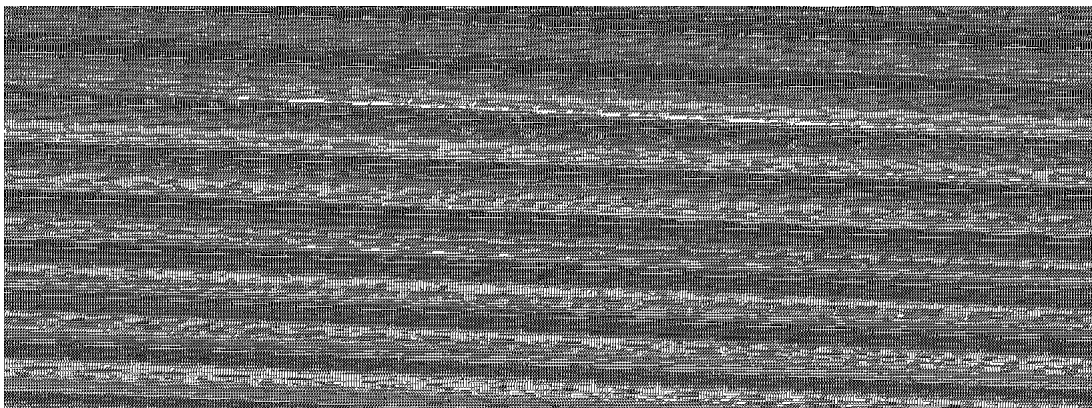


图 1 水热(a)、丁醇/水混合溶剂热(b)和丁醇醇热(c)合成 BaTiO_3 的 TEM 照片($\times 70\,000$)

Fig. 1 The TEM micrographs of BaTiO_3 synthesized by hydrothermal, hydro-solvothermal and solvothermal methods

参考文献:

- [1] HENNINGS D, KLEEM M, WASER R. Advanced dielectrics: bulk ceramic and thin films [J]. Adv Mater, 1991, 3 (7/8): 334.
- [2] CHEN D R, XU R R. Solvothermal synthesis and characterization of PbTiO_3 powders [J]. J Mater Chem, 1998, 8 (4): 965

Alcoholothermal Synthesis of Nanosized BaTiO_3

WANG Guang-guo, HUANG Ai-hong, LONG Jun-biao, WU Ming-mei^{*}, XUE Xing-ming

Abstract: Unaggregated and well dispersed nanosized BaTiO_3 crystals were successfully synthesized from barium hydroxide and tetrabutyl titanate at $170\,^\circ\text{C}$ in butyl alcohol by solvothermal method. Herein, it has been found that the use of butyl alcohol as solvent restricted the growth of BaTiO_3 particles, as comparison with the use of hydrothermal method.

Keywords: alcoholothermal synthesis; BaTiO_3 ; particle sizes

^{*} School of Chemistry and Chemical Engineering, Zhongshan University, Guangzhou 510275, China