



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103449511 A

(43) 申请公布日 2013. 12. 18

(21) 申请号 201310121271. 8

(22) 申请日 2013. 04. 09

(71) 申请人 深圳信息职业技术学院

地址 518172 广东省深圳市龙岗区龙翔大道  
2188 号

(72) 发明人 刘白 刘力睿

(74) 专利代理机构 深圳中一专利商标事务所  
44237

代理人 张全文

(51) Int. Cl.

C01G 23/00 (2006. 01)

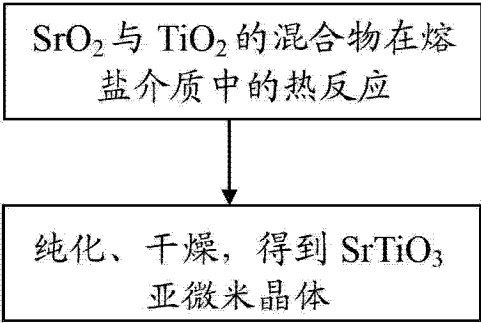
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54) 发明名称

一种钛酸锶亚微米晶体及其制备方法

(57) 摘要

本发明适用于材料化学领域,提供了一种钛酸锶亚微米晶体及其制备方法。一种钛酸锶亚微米晶体,其特征在于,所述钛酸锶亚微米晶体的形状为立方相晶体,尺寸分布在 100-350nm,达到亚微米级。该亚微米钛酸锶晶体的制备方法主要包括以下步骤:1)将 SrO<sub>2</sub>与 TiO<sub>2</sub>的混合物在熔盐介质中于 650 ~ 750℃下进行热反应 9 ~ 10. 5h ;2)将所述热反应产物纯化、干燥处理,得到 SrTiO<sub>3</sub>亚微米晶体。与现有技术比较,该制备方法反应体系温度低、反应完全、工艺操作简单、周期短,工艺合成得到的钛酸锶晶体纯度高、粒径细小均匀,达到亚微米级。



1. 一种钛酸锶亚微米晶体,其特征在于,所述钛酸锶亚微米晶体的形状为立方相晶体,尺寸分布在 100-350nm。
2. 一种钛酸锶亚微米晶体的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:
  - 1) 将  $\text{SrO}_2$  与  $\text{TiO}_2$  的混合物在熔盐介质中于  $650 \sim 750^\circ\text{C}$  下进行热反应  $9 \sim 10.5\text{h}$ ;
  - 2) 将所述热反应产物纯化、干燥处理,得到  $\text{SrTiO}_3$  亚微米晶体。
3. 如权利要求 2 所述的钛酸锶亚微米晶体的制备方法,其特征在于,所述步骤 1) 中  $\text{SrO}_2$  与  $\text{TiO}_2$  的摩尔比为  $1:0.65 \sim 1:0.85$ 。
4. 如权利要求 2 或 3 所述的钛酸锶亚微米晶体的制备方法,其特征在于,所述步骤 1) 中  $\text{SrO}_2$  与  $\text{TiO}_2$  的摩尔比为  $1:0.8$ 。
5. 如权利要求 2 所述的钛酸锶亚微米晶体的制备方法,其特征在于,步骤 1) 中所述  $\text{SrO}_2$  与  $\text{TiO}_2$  的混合物与所述熔盐的重量比为  $1:0.5 \sim 1:2$ 。
6. 如权利要求 2 所述的钛酸锶亚微米晶体的制备方法,其特征在于,所述步骤 2) 中熔盐选用氯化钠、氯化钾、碳酸钠、碳酸钾、硫酸钠、硫酸钾中的一种或多种。
7. 如权利要求 2 所述的钛酸锶亚微米晶体的制备方法,其特征在于,步骤 2) 中所述热反应温度为  $700^\circ\text{C}$ ,反应时间为  $10\text{h}$ 。
8. 如权利要求 2 所述的钛酸锶亚微米晶体的制备方法,其特征在于,步骤 2) 中的所述热反应温度是以  $12 \sim 16^\circ\text{C} / \text{min}$  升温速率升温至热反应温度。
9. 如权利要求 2 所述的钛酸锶亚微米晶体的制备方法,其特征在于,所述步骤 3) 中所述纯化是选用酸液洗涤热反应产物,以除去杂质。
10. 如权利要求 9 所述的钛酸锶亚微米晶体的制备方法,其特征在于,所述酸液为硝酸、盐酸、硫酸等中的一种或多种,所述酸液中氢离子浓度为  $0.6 \sim 1.2\text{mol/L}$ 。

## 一种钛酸锶亚微米晶体及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于材料化学领域,尤其涉及一种钛酸锶亚微米晶体及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 钛酸锶 ( $\text{SrTiO}_3$ ) 是一种具有典型钙钛矿型结构的复合氧化物,在室温下,满足化学计量比的钛酸锶晶体是绝缘体,但在强制还原或掺杂施主金属离子的情况下可以实现半导化。钛酸锶是一种用途广泛的电子功能陶瓷材料,具有介电常数高、介电损耗低、热稳定性好等优点,广泛应用于电子、机械和陶瓷工业。同时,作为一种功能材料,钛酸锶具有禁带宽度高 (3.4eV)、光催化活性优良等特点,并具有独特的电磁性质和氧化还原催化活性,在光催化分解水制氢、光催化降解有机污染物和光化学电池等光催化领域也得到了广泛的应用。

[0003] 根据中国材料网统计,钛酸锶在纳米电子陶瓷材料中,仅陶瓷电容器一项,钛酸锶粉体就占据市场的 20%,目前全国需求量达 2000t。但是,尽管我国的钛矿和锶矿资源十分丰富,但合成的钛酸锶产品粒径大且分布范围宽、杂质含量高,因此,国内高质量钛酸锶的需求往往依赖于进口。因此开展高品质钛酸锶产品的制备研究意义重大。

[0004] 目前,钛酸锶粉体的制备有多种方法,主要有固相合成法、化学共沉淀法、水热法、溶胶-凝胶法、分步沉淀法等。固相反应法是一种传统制备钛酸锶粉体的方法,具有成本低,制备工艺简单的优点,高温固相反应法虽然在不断得到改善,但其中还是存在许多不可避免的缺点:(1) 原料中各组分难以混合到理想的均匀状态即化学均匀性差;(2) 虽然微波合成法得到改善,但由于反应温度高还是容易造成晶粒尺寸偏大,仍然停留在微米级;(3) 可能生成不希望出现的相,易混杂,得不到纯度高的粉体;(4) 表面活性差,易形成团聚体;(5) 反应进行不完全。

### 发明内容

[0005] 本发明实施例的目的在于提供一种钛酸锶亚微米晶体,旨在解决现有技术制备得到的钛酸锶晶体粒径大、颗粒不均匀的问题。

[0006] 本发明实施例的另一个目的在于提供一种钛酸锶亚微米晶体的制备方法,旨在解决现有技术中制备条件苛刻、产物纯度低的问题。

[0007] 为了实现上述发明目的,本发明实施例的技术方案如下:

[0008] 一种钛酸锶亚微米晶体,所述钛酸锶亚微米晶体的形状为立方相晶体,尺寸分布在 100-350nm。

[0009] 以及,一种钛酸锶亚微米晶体的制备方法,包括以下步骤:

[0010] 1)将  $\text{SrO}_2$  与  $\text{TiO}_2$  的混合物在熔盐介质中于 650 ~ 750℃ 下进行热反应 9 ~ 10.5h;

[0011] 2) 将所述热反应产物纯化、干燥处理,得到  $\text{SrTiO}_3$  亚微米晶体。

[0012] 本发明实施例提供了一种钛酸锶晶体及其制备方法,与现有技术相比,具有以下优点:

[0013] 1、与传统固相合成法比较,本发明实施例采用低熔点盐作为反应介质,提供了一个液相环境,反应物的溶解度增加,反应物在液相中实现原子尺度混合,离子的扩散速率加快,反应对温度的依赖性降低,因此合成反应可以在较低温度下完成。

[0014] 2、本发明实施例中,熔盐具有稳定性好,传热、传能速率快、效率高,加大了反应物间的接触几率,因此反应效率明显增加,反应完全且合成反应需要的时间得以缩短。

[0015] 3、本发明实施例中,反应体系为液相,各原料药在介质中容易混合均匀,反应速率较为稳定,使得反应物组分配比能更为准确、无偏析。

[0016] 4、本发明实施例中,在反应过程中,熔融盐贯穿在生成的粉体颗粒之间,避免了颗粒之间因相互连接而产生的团聚现象。

[0017] 5、本发明实施例中,在熔盐中的反应过程引入的杂质少,且杂质易清除。

[0018] 6、本发明实施例中所述熔盐可溶于过水溶性溶液或去离子水中,容易与钛酸锶晶体分离,且回收的熔盐经处理后可重复使用,降低了生产的成本。

[0019] 7、本发明实施例制备方法得到的钛酸锶晶体,纯度高、晶体形貌好、粒径细小均匀、达到亚微米级。

#### 附图说明

[0020] 图1是本发明实施例提供的钛酸锶晶体的制备工艺图;

[0021] 图2是本发明实施例提供的 $\text{SrO}_2$ 和 $\text{TiO}_2$ 的摩尔比为1:0.67、无熔盐掺杂时 $\text{SrTiO}_3$ 粉体的SEM图;

[0022] 图3是本发明实施例提供的 $\text{SrO}_2$ 和 $\text{TiO}_2$ 的摩尔比为1:0.67、熔盐的掺杂量0.5g时 $\text{SrTiO}_3$ 晶体的SEM图;

[0023] 图4是本发明实施例提供的 $\text{SrO}_2$ 和 $\text{TiO}_2$ 的摩尔比为1:0.67、熔盐的掺杂量1.0g时 $\text{SrTiO}_3$ 晶体的SEM图;

[0024] 图5是本发明实施例提供的 $\text{SrO}_2$ 和 $\text{TiO}_2$ 的摩尔比为1:0.67、熔盐的掺杂量1.5g时 $\text{SrTiO}_3$ 晶体的SEM图。

#### 具体实施方式

[0025] 为了使本发明要解决的技术问题、技术方案及有益效果更加清楚明白,以下结合附图及实施例,对本发明进行进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。

[0026] 为了改善固体合成法的缺点,本发明实施例提供了一种制备钛酸锶粉体的新方法—低温熔盐法。熔盐法的原理是采用一种或数种低熔点的盐类作为反应介质,合成反应在高温熔融盐中完成。反应结束后,将熔融盐冷却,采用合适的溶剂将盐类溶解,经过滤洗涤后即可得到合成产物。按照熔融盐在反应中作用的不同,可以将熔盐法分为三种。(1)助溶剂法。在这类方法中,熔融盐不参加反应,其作用主要是提供反应介质。(2)半熔盐法。在这类方法中,合成反应中至少有一种熔融盐参与反应,同时作为反应介质。(3)全熔盐法。在这类方法中,参与反应的反应物均为盐类。本发明采用助溶剂法制备钛酸锶亚微米晶体,能在很大程度上改善反应的条件并节约原料,使制备钛酸锶的过程变得更加容易、简单。

[0027] 本发明实施例提供了一种钛酸锶亚微米晶体,电子显微镜下观察得到的钛酸锶亚

微米晶体为呈立方相晶体,尺寸分布在 100-350nm。

[0028] 本发明实施例提供的钛酸锶亚微米晶体,晶体形貌好、粒径细小均匀、达到亚微米级。

[0029] 相应地,本发明实施例还提供了一种钛酸锶亚微米晶体的制备方法,该制备方法工艺流程图如图 1 所示,其包括以下步骤:

[0030] 1)将  $\text{SrO}_2$  与  $\text{TiO}_2$  的混合物在熔盐介质中于  $650 \sim 750^\circ\text{C}$  下进行热反应  $9 \sim 10.5\text{h}$ ;

[0031] 2) 将所述热反应产物纯化、干燥处理,得到  $\text{SrTiO}_3$  亚微米晶体。

[0032] 上述步骤 1)中,所述  $\text{TiO}_2$  是一种热稳定性化合物,很难从产物中除去。而所述  $\text{SrO}_2$  是一种热不稳定化合物,在反应温度下会完全分解成  $\text{SrO}$  和  $\text{O}_2$ ,刚分解制得的  $\text{SrO}$  有较高的反应活性,能很快的和  $\text{TiO}_2$  发生反应。因此,为了避免反应过程中因反应物  $\text{TiO}_2$  过量导致的杂质难以去除的问题,往往在反应体系中投入过量的反应物  $\text{SrO}_2$ 。经过反复试验摸索,发明人得出: $\text{SrO}_2$  与  $\text{TiO}_2$  的摩尔比为  $1:0.65 \sim 1:0.85$ ,进一步地, $\text{SrO}_2$  与  $\text{TiO}_2$  的摩尔比优选为  $1:0.80$ 。当  $\text{SrO}_2$  与  $\text{TiO}_2$  的摩尔比高于  $1:0.65$  时, $\text{SrO}_2$  过量太多,造成原料药的浪费和钛酸锶生产成本的增加; $\text{SrO}_2$  与  $\text{TiO}_2$  的摩尔过量比低于  $1:0.85$  时,稳定性强的  $\text{TiO}_2$  的增加容易在反应体系中残留,导致钛酸锶晶体中杂质增加,纯度降低,增加后处理难度。

[0033] 上述反应物  $\text{SrO}_2$  可采用市售原料,亦可通过制备获得,其制备工艺为:称取适量  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  置于烧杯中,加入适量  $\text{H}_2\text{O}_2$  (30%, v/v),搅拌至完全溶解,再滴加碱液,调节混合溶液的  $\text{pH}=8$ ,将反应液在室温静置 30min 后抽滤,洗涤、干燥得到  $\text{SrO}_2$ 。其中  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  和  $\text{H}_2\text{O}_2$  的反应摩尔比为  $1:1$ ,所用碱液为氨水、乙二胺等。抽滤后的样品分别用去离子水和乙醇洗涤数遍后,在空气中室温干燥。其中,所需试剂及设备为:硝酸锶( $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ , A. R., 上海振兴试剂厂),二氧化钛( $\text{TiO}_2$ , C. R., 上海精细材料第二研究所),氯化钠( $\text{NaCl}$ , A. R., 中国医药(集团)上海化学试剂公司),氯化钾( $\text{KCl}$ , A. R., 国药集团化学试剂有限公司),双氧水( $\text{H}_2\text{O}_2$ , A. R., 国药集团化学试剂有限公司),氨水( $\text{NH}_4\text{OH}$ , A. R., 上海苏懿化学试剂有限公司),无水乙醇( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ , A. R., 国药集团化学试剂有限公司),蒸馏水,刚玉坩埚,烘箱,马弗炉。

[0034] 熔盐在本发明整个反应过程中,只是作为助溶剂,不参加反应,其作用主要是提供反应介质、提高反应物的溶解度和扩散速度、加快传热和传能速率、增加反应物间的接触几率。 $\text{SrO}_2$  与  $\text{TiO}_2$  的混合物和熔盐的比例对反应时间的长短、反应是否完全影响很大。经过发明人反复试验,发现  $\text{SrO}_2$  与  $\text{TiO}_2$  的混合物和熔盐的质量比为  $1:0.5 \sim 1:2$ ,当  $\text{SrO}_2$  与  $\text{TiO}_2$  的混合物和熔盐的质量比高于  $1:0.5$  时,熔盐介质量少, $\text{SrO}_2$  与  $\text{TiO}_2$  的混合物在熔盐中的溶解量随之减少,原料无法充分参与反应,原料药参与反应很大程度上依赖于提高反应温度和延长反应时间,且容易造成反应不完全,这就需要增高反应温度和增加反应时间来完成反应,增加了反应条件的难度、且容易造成反应不完全;当  $\text{SrO}_2$  与  $\text{TiO}_2$  的混合物和熔盐的质量比低于  $1:2$  时,熔盐介质量过量, $\text{SrO}_2$  和  $\text{TiO}_2$  的碰撞几率降低,反应速率将随之降低、反应时间延长。

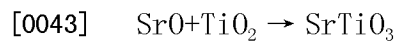
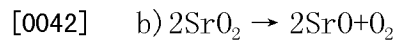
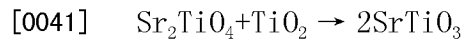
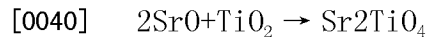
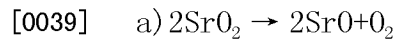
[0035] 熔盐合成法通常采用一种或数种低熔点的盐类作为反应介质,上述步骤 1)中,所述熔盐选用氯化钠、氯化钾、碳酸钠、碳酸钾、硫酸钠、硫酸钾等中的一种或多种,当然,应当理解,本领域的其他低熔点的盐类也可以用于上述钛酸锶的制备方法实施例中。

[0036] 为了加快反应速度,本发明对  $\text{SrO}_2$ 、 $\text{TiO}_2$ 、熔盐三者进行研磨混合。传统固相合

成法合成 SrTiO<sub>3</sub> 时,为了加大反应物间的接触面积,提高生成物相的成核速率,一般需要 0.5-1.0 小时充分研磨混合物。而本发明实施例中, SrO<sub>2</sub>、TiO<sub>2</sub>、熔盐三者混合物在 700℃ 时就已经熔化,因此不需要很长的研磨时间,只需研磨 5-10 分钟。

[0037] 上述步骤 1) 中,热反应温度为 650 ~ 750℃,反应时间为 9 ~ 10.5h,进一步的,反应温度优选为 700℃,反应时间为 10h。

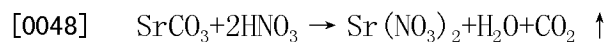
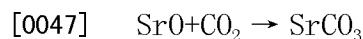
[0038] SrO<sub>2</sub> 颗粒在温度从室温升到 600℃ 时,已经完全分解成 SrO 和 O<sub>2</sub>,刚分解制得的 SrO 有较高的反应活性,而且大大地过量,能很快的和 TiO<sub>2</sub> 发生反应。可能存在如下两种反应机理:



[0044] 为了排除机理 b) 中 SrO 和 TiO<sub>2</sub> 直接反应生成 SrTiO<sub>3</sub> 的可能性,发明人进行一组对比实验:对 SrO<sub>2</sub> 纳米颗粒和 TiO<sub>2</sub> 粉末组成的混合物进行热处理,当温度从室温升到 350℃ 时,发现加热后的产物中只含有 SrO、TiO<sub>2</sub> 和少量的 SrCO<sub>3</sub>,并没有发现 SrTiO<sub>3</sub> 和 SrO<sub>2</sub>;当温度从室温升到 600℃ 时,热处理后的产物中只含有 Sr<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub>、TiO<sub>2</sub> 和少量的 SrCO<sub>3</sub>,并没有发现 SrTiO<sub>3</sub>;当温度从室温升到 700℃ 时,产物中就只含有 SrTiO<sub>3</sub> 和少量的 SrCO<sub>3</sub>,并没有发现 Sr<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub>、TiO<sub>2</sub>。依此实验结果可以判断 SrTiO<sub>3</sub> 并非由 SrO<sub>2</sub> 和 TiO<sub>2</sub> 一步反应获得,其生成路径为: SrO<sub>2</sub> 分解成 SrO 和 O<sub>2</sub>,分解制得的 SrO 和 TiO<sub>2</sub> 反应生成 Sr<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub> 中间体, Sr<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub> 与 TiO<sub>2</sub> 反应最终得到 SrTiO<sub>3</sub>,即反应机理 a)。

[0045] 所述热反应温度是以 12 ~ 16℃ /min 升温速率升温至热反应温度,优选 14℃ /min,反应结束后自然冷却至室温。升温速率大于 16℃ /min 时,热量传递不均匀,容易造成局部温度过高,反应不均匀。

[0046] 上述步骤 2) 中, SrO<sub>2</sub> 分解产生的 SrO 能很快的和空气中的 CO<sub>2</sub> 结合成 SrCO<sub>3</sub> 副产物。所述 SrCO<sub>3</sub> 能溶于酸性溶液中生成可溶性盐、以及 CO<sub>2</sub> 和 H<sub>2</sub>O。少量 SrCO<sub>3</sub> 和其他水溶性盐可以通过酸性溶液和去离子水充分洗涤来清除。将洗涤后的产物在空气中 80℃ 干燥,得到白色的 SrTiO<sub>3</sub> 亚微米晶体。SrCO<sub>3</sub> 杂质产生、以及硝酸除 SrCO<sub>3</sub> 杂质可能的反应机理为:



[0049] 利用 X - 射线衍射 (XRD)、扫描电子显微镜 (SEM) 等现代分析测试手段对产品钛酸锶晶体的结构、形貌、大小以及组成进行表征。

[0050] 上述步骤 2) 中,用酸液来充分洗涤所述产物,以除去杂质。其中酸液选自硝酸、硝酸、盐酸、硫酸等中的一种或多种,当然,应当理解,本领域的其他不与 SrTiO<sub>3</sub> 反应、且与 SrCO<sub>3</sub> 反应产生可溶性盐的酸性溶液可以用于上述钛酸锶的制备方法实施例中。酸液的氢离子浓度为 0.6 ~ 1.2mol/L,优选 1.0mol/L。将洗涤后的产物在空气中 80℃ 干燥,得到白色的 SrTiO<sub>3</sub> 亚微米晶体。

[0051] 与传统固相合成法比较,本发明实施例采用低熔点盐作为反应介质,提供了一个液相环境,反应物的溶解度增加,反应物在液相中实现原子尺度混合,离子的扩散速率加

快,反应对温度的依赖性降低,因此合成反应可以在较低温度下完成,且缩短了反应时间。熔融盐贯穿在生成的粉体颗粒之间,避免了颗粒之间因相互连接而产生的团聚现象,所以合成的粉体的分散性很好、粒径细小均匀,晶体形貌好,达到亚微米级。本发明实施例中,在熔盐中的反应过程引入的杂质少,且容易清除,熔盐法合成得到的钛酸锶晶体纯度高。本发明实施例中所述熔盐容易分离,且可重复使用,降低了生产的成本。

#### [0052] 实施例 1

##### [0053] 一、SrO<sub>2</sub> 的制备

[0054] 称取 1.0582 (0.005mol) 的 Sr(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 放入 100mL 烧杯中,加入 30ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30%, v/v), 搅拌至完全溶解,滴加氨水调节 pH=8,然后将反应液在室温静置 30min,抽滤、分别用去离子水和乙醇洗涤数遍后,在空气中室温干燥得到 SrO<sub>2</sub>。

##### [0055] 二、低温熔盐反应法合成 SrTiO<sub>3</sub> 亚微米晶体。

[0056] 取 SrO<sub>2</sub> 颗粒(0.005mol, 约 0.5981g)、TiO<sub>2</sub> 颗粒(0.004mol, 约 0.3196g)和氯化钠 / 氯化钾 (1:1, w/w) 组成的混合熔盐 0.5g, 混合后用玛瑙研钵研磨 8min 后,将上述混合物置于马弗炉中 700℃ 反应 10 小时。马弗炉 14℃ /min 的速度升至指定温度 700℃, 反应完成后自然冷却至室温。分别用 1mol/L 硝酸和去离子水充分洗涤产物,以除去 SrCO<sub>3</sub> 杂质和其他可溶性盐,将洗涤后的产物在空气中 80℃ 干燥,得到白色的 SrTiO<sub>3</sub> 亚微米晶体。

##### [0057] 三、产品 SrTiO<sub>3</sub> 的质量检测

###### [0058] 3.1 低温熔盐法得到产品 SrTiO<sub>3</sub> 的 XRD 分析

[0059] 将本实施例 1 制备的 SrTiO<sub>3</sub> 进行 XRD 分析得知, XRD 图中没有 TiO<sub>2</sub>、SrCO<sub>3</sub> 等杂质的衍射峰。

###### [0060] 3.2 产品 SrTiO<sub>3</sub> 的 SEM 分析

[0061] 将本实施例 1 制备的 SrTiO<sub>3</sub> 进行 SEM 分析,其结果如图 3 所示。从图 3 中可以清楚的看到纯立方相的 SrTiO<sub>3</sub> 亚微米晶,尺寸分布在 100-350nm。

#### [0062] 实施例 2

##### [0063] 一、低温熔盐反应法合成 SrTiO<sub>3</sub> 亚微米晶体

[0064] 取 SrO<sub>2</sub> 颗粒(0.005mol, 约 0.5981g)、实施例 1 制备的 TiO<sub>2</sub> 颗粒(0.004mol, 约 0.3196g)和氯化钠 / 氯化钾 (1:1, w/w) 组成的混合熔盐 1.0g, 混合后用玛瑙研钵研磨 8min 后,将上述混合物置于马弗炉中 700℃ 反应 10 小时。马弗炉 14℃ /min 的速度升至指定温度 700℃, 反应完成后自然冷却至室温。分别用 1mol/L 硝酸和去离子水充分洗涤产物,以除去 SrCO<sub>3</sub> 杂质和其他可溶性盐,将洗涤后的产物在空气中 80℃ 干燥,得到白色的 SrTiO<sub>3</sub> 亚微米晶体。

##### [0065] 二、产品 SrTiO<sub>3</sub> 的质量检测按照实施例 1 修改

###### [0066] 2.1 低温熔盐法得到产品 SrTiO<sub>3</sub> 的 XRD 分析

[0067] 将本实施例 2 制备的 SrTiO<sub>3</sub> 进行 XRD 分析得知, XRD 图中没有 TiO<sub>2</sub>、SrCO<sub>3</sub> 等杂质的衍射峰。

###### [0068] 2.2 产品 SrTiO<sub>3</sub> 的 SEM 分析

[0069] 将本实施例 2 制备的 SrTiO<sub>3</sub> 进行 SEM 分析,其结果如图 4 所示,从图 4 中可以清楚的看到纯立方相的 SrTiO<sub>3</sub> 亚微米晶,尺寸分布在 100-350nm。

#### [0070] 实施例 3

[0071] 一、低温熔盐反应法合成  $\text{SrTiO}_3$  亚微米晶体

[0072] 取  $\text{SrO}_2$  颗粒(0.005mol, 约 0.5981g)、实施例 1 制备的  $\text{TiO}_2$  颗粒(0.004mol, 约 0.3196g)和氯化钠 / 氯化钾 (1:1, w/w)组成的混合熔盐 1.5g, 混合后用玛瑙研钵研磨 8min 后, 将上述混合物置于马弗炉中 700℃ 反应 10 小时。马弗炉 14℃ /min 的速度升至指定温度 700℃, 反应完成后自然冷却至室温。分别用 1mol/L 硝酸和去离子水充分洗涤产物, 以除去  $\text{SrCO}_3$  杂质和其他可溶性盐, 将洗涤后的产物在空气中 80℃ 干燥, 得到白色的  $\text{SrTiO}_3$  亚微米晶体。

[0073] 二、产品  $\text{SrTiO}_3$  的质量检测

[0074] 2.1 低温熔盐法得到产品  $\text{SrTiO}_3$  的 XRD 分析

[0075] 将本实施例 3 制备的  $\text{SrTiO}_3$  进行 XRD 分析得知, XRD 图中没有  $\text{TiO}_2$ 、 $\text{SrCO}_3$  等杂质的衍射峰。

[0076] 2.2 产品  $\text{SrTiO}_3$  的 SEM 分析

[0077] 将本实施例 3 制备的  $\text{SrTiO}_3$  进行 SEM 分析, 其结果如图 5 所示, 从图 5 中可以清楚的看到纯立方相的  $\text{SrTiO}_3$  亚微米晶, 尺寸分布在 100-350nm。

[0078] 对比实例

[0079] 一、低温熔盐反应法合成  $\text{SrTiO}_3$  亚微米晶体

[0080] 取  $\text{SrO}_2$  颗粒(0.005mol, 约 0.5981g)、实施例 1 制备的  $\text{TiO}_2$  颗粒(0.004mol, 约 0.3196g), 混合后用玛瑙研钵研磨 8min 后, 将上述混合物置于马弗炉中 700℃ 反应 10 小时。马弗炉 14℃ /min 的速度升至指定温度 700℃, 反应完成后自然冷却至室温。分别用 1mol/L 硝酸和去离子水充分洗涤产物, 以除去  $\text{SrCO}_3$  杂质和其他可溶性盐, 将洗涤后的产物在空气中 80℃ 干燥, 得到白色的  $\text{SrTiO}_3$  亚微米粉体。

[0081] 二、产品  $\text{SrTiO}_3$  的质量检测

[0082] 2.1 低温熔盐法得到产品  $\text{SrTiO}_3$  的 XRD 分析

[0083] 将本对比实例制备的  $\text{SrTiO}_3$  进行 XRD 分析得知, XRD 图中含有未反应完全的  $\text{TiO}_2$  杂质。

[0084] 2.2 产品  $\text{SrTiO}_3$  的 SEM 分析

[0085] 将本对比实例制备的  $\text{SrTiO}_3$  进行 SEM 分析, 其结果如图 2 所示, 从图 2 中可以清楚的看到  $\text{SrTiO}_3$  粉体, 尺寸分布在 1-4  $\mu\text{m}$ 。

[0086] 与对比实例制备得到的钛酸锶晶体比较, 实施例 1-3 制备得到的钛酸锶晶体晶体形貌更好, 呈纯立方相、且晶体粒径细小均匀、达到亚微米级。由此得知,  $\text{SrO}_2$  与  $\text{TiO}_2$  的混合物与熔盐的掺杂量的质量比为 1:0.5-1:1.5 时, 能制备得到粒径在 100-350nm 的立方相  $\text{SrTiO}_3$  晶体。

[0087] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已, 并不用以限制本发明, 凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换和改进等, 均应包含在本发明的保护范围之内。



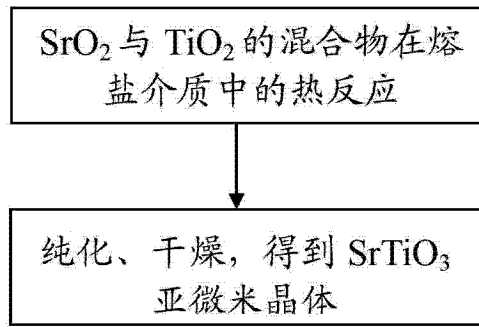


图 1

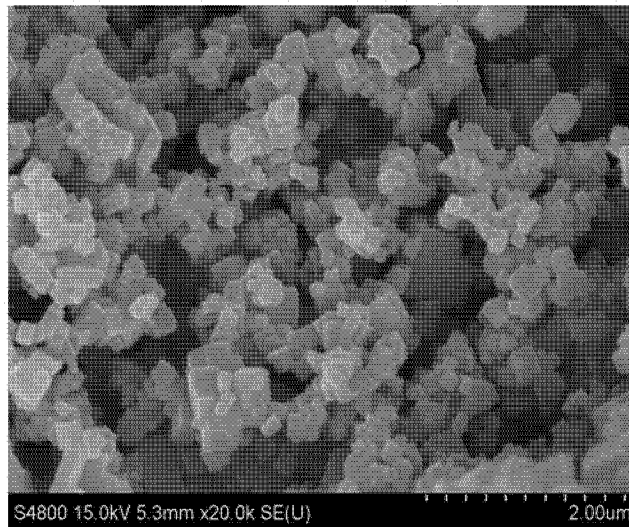


图 2

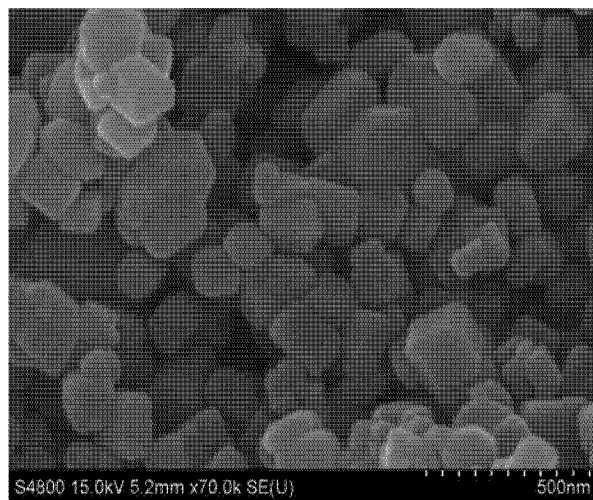


图 3

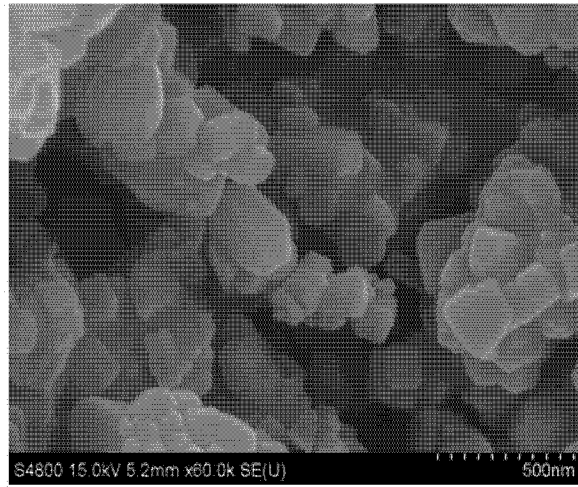


图 4

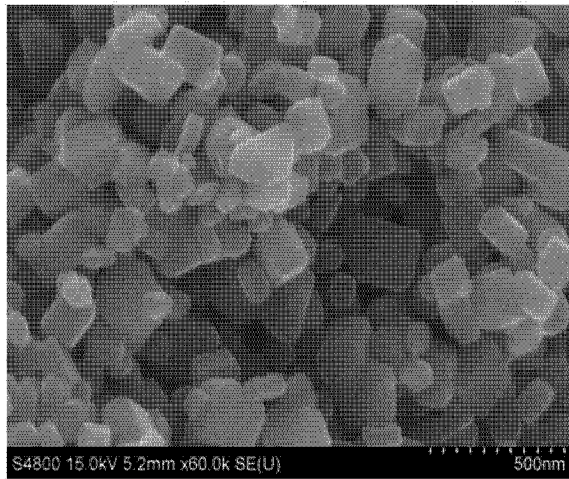


图 5