



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107758742 A

(43)申请公布日 2018.03.06

(21)申请号 201711116853.1

(22)申请日 2017.11.13

(71)申请人 桂林电子科技大学

地址 541004 广西壮族自治区桂林市七星区金鸡路1号

(72)发明人 江民红 金琦 严亚飞 韩胜男
李林 饶光辉 成钢 顾正飞
刘心宇

(74)专利代理机构 桂林市华杰专利商标事务所
有限责任公司 45112

代理人 周雯

(51)Int. Cl.

C01G 33/00(2006.01)

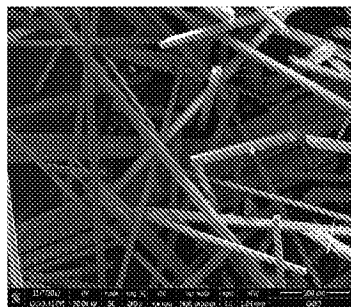
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种锂、铋掺杂的碱金属铌酸盐微纳米线材料及其制备方法

(57)摘要

本发明公开了锂、铋掺杂的碱金属铌酸盐微纳米线材料,是以 K_2CO_3 、 Na_2CO_3 、 Nb_2O_5 、 $BaCO_3$ 、 Li_2CO_3 、 Sb_2O_3 、 Bi_2O_3 为原料,按照化学式 $(0.94-x)K_yNa_{(1-y)}NbO_3-xBaBiO_3-0.06LiSbO_3$ 进行配料,其中 $0.016 \leq x \leq 0.080$, $0.4 \leq y \leq 0.6$,经传统陶瓷工艺合成的微纳米线材料。其制备方法包括以下步骤:1)所有原料烘干,除去水分;2)按化学式的成分质量比称取原料,进行球磨;3)将球磨之后的粉料取出、烘干、预烧;4)然后将预烧后的粉料再次进行第二次球磨;5)将二次球磨后的粉料取出、烘干、压制成圆坯;6)将压制好的圆坯在一定条件下保温处理即可。本发明的优点是采用了简单低成本的陶瓷工艺,即传统的固相烧结工艺进行制备;锂、铋元素的加入有效降低了碱金属铌酸盐微纳米线的生长温度,降低了能量消耗,从而降低了生产成本。



1. 一种锂、铈掺杂的碱金属铌酸盐微纳米线材料,其特征在于:其化学式为 $(0.94-x)K_yNa_{(1-y)}NbO_3-xBaBiO_3-0.06LiSbO_3$,其中 $0.016 \leq x \leq 0.080$, $0.4 \leq y \leq 0.6$,由原料经传统的陶瓷工艺合成的微纳米线材料。

2. 权利要求1所述的锂、铈掺杂的碱金属铌酸盐微纳米线材料,其特征在于:所述原料为 K_2CO_3 、 Na_2CO_3 、 Nb_2O_5 、 $BaCO_3$ 、 Li_2CO_3 、 Sb_2O_3 、 Bi_2O_3 。

3. 根据权利要求1所述的锂、铈掺杂的碱金属铌酸盐微纳米线材料的制备方法,其特征在于包括以下步骤:

步骤1) 所有原料烘干,除去水分;

步骤2) 按化学式 $(0.94-x)K_yNa_{(1-y)}NbO_3-xBaBiO_3-0.06LiSbO_3$ 的成分质量比称取原料,再装入尼龙球磨罐中,以无水乙醇和氧化锆球为介质球磨24~48h;

步骤3) 将球磨之后的粉料取出、烘干、在一定条件下预烧;

步骤4) 然后将预烧后的粉料再次装入球磨瓶中,以无水乙醇和氧化锆球为球磨介质,进行第二次球磨12~24h;

步骤5) 将二次球磨后的粉料取出、烘干、在一定条件下压制成圆坯;

步骤6) 将压制好的圆坯保温处理,即可制得锂、铈掺杂的碱金属铌酸盐微纳米线材料。

4. 根据权利要求3所述的制备方法,其特征在于:所述步骤1)的原料为 K_2CO_3 、 Na_2CO_3 、 Nb_2O_5 、 $BaCO_3$ 、 Li_2CO_3 、 Sb_2O_3 、 Bi_2O_3 ,所述步骤1)烘干的温度为120~300℃。

5. 根据权利要求3所述的制备方法,其特征在于:所述步骤2) x 和 y 的取值范围为 $0.016 \leq x \leq 0.080$, $0.4 \leq y \leq 0.6$ 。

6. 根据权利要求3所述的制备方法,其特征在于:所述步骤3) 预烧的条件为预烧温度为700~900℃,预烧时间为3~9h,预烧升温速率为1~5℃/min。

7. 根据权利要求3所述的制备方法,其特征在于:所述步骤5) 压制成圆坯的条件为,先将二次球磨后的粉料过100目筛,再在100 MPa的压力下压制成直径为14~25 mm,厚度为1~3mm的圆坯。

8. 根据权利要求3所述的制备方法,其特征在于:所述步骤6) 保温处理的条件为保温温度为1080~1100℃,保温时间为10~30h。

一种锂、铈掺杂的碱金属铌酸盐微纳米线材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及微纳米材料与技术领域,具体是一种锂、铈掺杂的碱金属铌酸盐微纳米线材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 碱金属铌酸盐是一类重要的钙钛矿材料,在压电、铁电、电光、非线性光学、光催化领域有着重要的应用,被广泛用于电子器件、敏感器件、生物器件、纳米化学、电极材料等等,对人们的生活起着举足轻重的作用。

[0003] 纳米技术是当今社会新兴的技术,越来越多的纳米材料和纳米器件被开发,与人们的生活越来越密切,在生活、医学、国防等各个领域有着广泛的应用前景。1984年德国萨尔兰大学的Gleiter以及美国阿贡试验室的Siegel相继成功地制得了纯物质的纳米细粉。Gleite在高真空的条件下将粒径为6nm的Fe粒子原位加压成形,烧结得到纳米微晶块体,从而使纳米材料进入了一个新的阶段。近些年,人们通过各种方法又合成了多种纳米材料,如纳米线、纳米条、纳米棒、纳米带等。合成微纳米材料的方法主要有水热法、熔盐法、溶胶-凝胶法、模板法等,但是每种方法都存在一定的问题。

[0004] 传统的水热法合成纳米线的缺点是周期太长、并且产物的形貌较差、不利于实际应用。此外,水热法制备的产物往往尺寸过小且量少,不利于制备。

[0005] 模板生长法具有可以控制纳米材料的形状和尺寸、合成方式简单、适用批量生产等,但是模板中容易引入杂质。此外,如果不结合使用模板生长法而单纯采用液相法,生长出来的纳米线则杂乱无章排列。

[0006] 最近,我们发明了一种固相法制备铌酸盐微纳米线的方法[江民红,严亚飞,郝崇琰,李林,饶光辉,成钢,顾正飞,刘心宇,一种碱金属铌酸盐微纳米线材料及其制备方法,申请号:2016111811339]。采用该固相法,在不需要额外提供气相、异质模板和催化剂的条件下,实现碱金属铌酸盐微纳米线的可控生长,使合成的碱金属铌酸盐微纳米线直接从同质基体中生长,不引入外界杂质,实现产物的纯洁。本发明在此基础上,通过共掺杂锂和铈元素使碱金属铌酸盐微纳米线的合成温度降低了20~40 °C,降低了能量消耗,从而降低了生产成本。

发明内容

[0007] 本发明的目的是提供一种锂、铈掺杂的碱金属铌酸盐微纳米线材料及其制备方法。针对现有技术存在的问题,本发明采用传统的固相工艺(或称陶瓷工艺),通过共掺杂锂和铈元素使碱金属铌酸盐微纳米线的合成温度降低了20~40 °C,降低了能源消耗,从而降低了生产成本。

[0008] 为了实现上述发明目的,本发明采用的技术方案为:

一种锂、铈掺杂的碱金属铌酸盐微纳米线材料,是以 K_2CO_3 、 Na_2CO_3 、 Nb_2O_5 、 $BaCO_3$ 、 Li_2CO_3 、 Sb_2O_3 、 Bi_2O_3 为原料,按照化学式 $(0.94-x)K_yNa_{(1-y)}NbO_3-xBaBiO_3-0.06LiSbO_3$ 进行配料,其中

$0.016 \leq x \leq 0.080, 0.4 \leq y \leq 0.6$, 经传统陶瓷工艺合成的微纳米线材料。

[0009] 锂、铈掺杂的碱金属铌酸盐微纳米线材料的制备方法, 包括以下步骤:

步骤1) 所有原料 K_2CO_3 、 Na_2CO_3 、 Nb_2O_5 、 $BaCO_3$ 、 Li_2CO_3 、 Sb_2O_3 、 Bi_2O_3 在称量配料前均置于120-300 °C烘箱中烘干, 除去原料中的水分;

步骤2) 按化学式 $(0.94-x) K_y Na_{(1-y)} NbO_3-xBaBiO_3-0.06LiSbO_3$, 其中 $0.016 \leq x \leq 0.080, 0.4 \leq y \leq 0.6$ 的成分质量比称取原料, 再装入尼龙球磨罐中, 以无水乙醇和氧化锆球为介质球磨24~48 h;

步骤3) 将球磨之后的粉料取出、烘干、预烧, 预烧温度为700-900 °C, 预烧时间为3~9 h, 预烧升温速率为1~5 °C/min;

步骤4) 然后将预烧后的粉料再次装入球磨瓶中, 以无水乙醇和氧化锆球为球磨介质, 进行第二次球磨12~24 h;

步骤5) 将二次球磨后的粉料取出、烘干、过100目筛, 再在100 MPa的压力下压制成直径14~25 mm, 厚度为1-3mm的圆坯。

[0010] 步骤6) 将压制好的圆坯在1080-1100 °C的温度下保温处理10-30 h, 即可制得碱金属铌酸盐微纳米线材料。

[0011] 本发明锂、铈掺杂的碱金属铌酸盐微纳米线材料经SEM电镜检测证实为微纳米线结构。

[0012] 本发明相对于现有技术, 具有以下优点:

本发明采用传统的固相工艺(或称陶瓷工艺), 通过共掺杂锂和铈元素使合成碱金属铌酸盐微纳米线的温度降低了20~40 °C, 降低了能量消耗, 从而降低了生产成本。

[0013] 本发明方法合成锂、铈掺杂的碱金属铌酸盐微纳米线材料后, 可赋予它新的特性或功能, 从而拓展碱金属铌酸盐微纳米线的应用范畴, 因此, 本发明具有广阔的应用前景。

附图说明

[0014] 图1为实施例1中制备的锂、铈掺杂的碱金属铌酸盐微纳米线SEM图;

图2为实施例2中制备的锂、铈掺杂的碱金属铌酸盐微纳米线SEM图。

具体实施方式

[0015] 本发明通过实施例, 结合说明书附图对本发明内容做进一步详细说明, 但不是对本发明的限定。

[0016] 实施例1

一种锂、铈掺杂的碱金属铌酸盐微纳米线材料的制备方法:

步骤1) 所有原料 K_2CO_3 、 Na_2CO_3 、 Nb_2O_5 、 $BaCO_3$ 、 Li_2CO_3 、 Sb_2O_3 、 Bi_2O_3 在称量配料前均置于120 °C烘箱中烘干, 除去原料中的水分;

步骤2) 按照化学式 $(0.94-x) K_y Na_{(1-y)} NbO_3-xBaBiO_3-0.06LiSbO_3$ 进行配料, 其中 $x=0.032, y=0.5$, 再装入尼龙球磨罐中, 以无水乙醇和氧化锆球为介质球磨24 h;

步骤3) 将球磨之后的粉料取出、烘干、预烧, 预烧温度为900 °C, 预烧时间为6 h, 预烧升温速率为2 °C/min;

步骤4) 然后将预烧后的粉料再次装入球磨瓶中, 以无水乙醇和氧化锆球为球磨介质,

进行第二次球磨12 h;

步骤5)将二次球磨后的粉料取出、烘干、过100目筛,再在100 MPa的压力下压制成直径14mm,厚度为2mm的圆坯;

步骤6)将压制好的圆坯置于电炉中在1080℃的温度下保温30h,即可制得锂、铈掺杂的碱金属铈酸盐微纳米线材料。

[0017] 经SEM检测,所得的锂、铈掺杂的碱金属铈酸盐微纳米线如图1所示。

[0018] 实施例2

一种锂、铈掺杂的碱金属铈酸盐微纳米线材料的制备方法:

未特别说明的步骤与实施例1的制备方法相同,不同之处在于:所述步骤3)的预烧温度为700℃;所述步骤6)电炉中的温度为1085℃。

[0019] 经SEM电镜检测,所得锂、铈掺杂的碱金属铈酸盐微纳米线材料如图2所示。

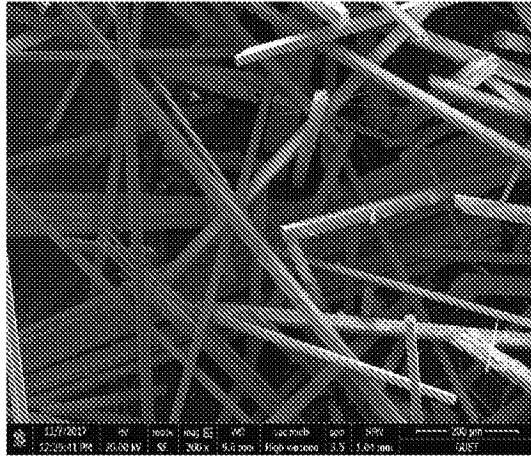


图1

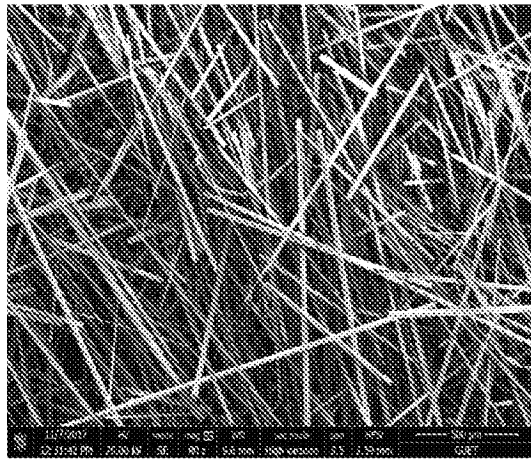


图2