

溶胶-凝胶法制备钛酸钡陶瓷纤维

谭宏斌, 马小玲

(陕西理工学院 材料学院, 陕西 汉中 723003)

摘 要: 用溶胶-凝胶法制备钛酸钡纤维, 研究了原料种类对前驱体溶胶制备的影响。研究发现, 用钡和钛的无机盐不能制备溶胶; 以钛酸四丁酯和醋酸钡为原料, 制备了钛酸钡陶瓷纤维。凝胶纤维在 900 °C 煅烧 1 h 后, 物相为立方 BaTiO_3 相, 纤维直径为 $\varnothing 40 \mu\text{m}$ 。

关键词: 钛酸钡; 溶胶-凝胶法; 纤维

中图分类号: TB321; TM21; TN304.05

文献标识码: A

Preparation of Barium Titanate Ceramic Fibers by Sol-Gel Method

TAN Hongbin, MA Xiaoling

(School of Materials Science and Engineering, Shaanxi University of Technology, Hanzhong 723003, China)

Abstract: Barium titanate fibers were prepared by Sol-Gel method. The effect of raw materials on sol preparation was studied. Barium titanate ceramic fibers were not obtained by using the inorganic salts of titanate and barium as raw materials; but the fibers could be prepared by using $\text{Ti}(\text{C}_4\text{H}_9\text{O})_4$ and $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ as raw materials, by which barium titanate ceramic fibers were prepared by sintering at 900 °C for 1 h, with cubic BaTiO_3 phase of $\varnothing 40 \mu\text{m}$ in diameter.

Key words: barium titanate; Sol-Gel method; fibers

0 引言

钛酸钡(BaTiO_3)陶瓷具有优良的介电和铁电特性, 应用于高介电常数电容器、半导体、正温度系数(PTC)电阻器和铁电存储器等方面, 是目前应用最广泛的电子陶瓷之一^[1]。 BaTiO_3 为无铅压电陶瓷, 对环境好, 对压电陶瓷无铅化具有重要意义^[2]。将 BaTiO_3 制备成陶瓷纤维, 与其块体相比, 具有更好的各向异性和力学性能, 可应用于复合材料传感器和传动装置^[3]。

本文采用溶胶-凝胶(Sol-Gel)法, 以钛酸四丁酯和醋酸钡为原料, 以无水乙醇和乙二醇甲醚为溶剂, 以冰醋酸和乳酸为络合剂, 制备了 BaTiO_3 陶瓷纤维。

1 实验方法

在烧杯中加入钛酸四丁酯(0.02 mol)、乙醇(10 mL)和乳酸(1 mL), 在另一烧杯中加入醋酸钡(0.02 mol)、醋酸和乙二醇甲醚(各 10 mL)搅拌至溶解; 两者混合得到前驱体溶胶, 将稳定的淡黄色透

明前驱体溶胶在 65 °C 水浴中进行浓缩, 得到可纺的溶胶。将玻璃棒浸入溶胶中, 缓慢向上提起, 拉制出凝胶纤维, 将凝胶纤维置于箱式炉中, 在 900 °C 保温 1 h(升温速度为 2 °C/min)进行煅烧后随炉冷却。采用 X 线衍射(XRD)仪检测煅烧纤维的物相, 采用电镜扫描(SEM)观察其微观形貌。

2 结果与讨论

目前, 在 Sol-Gel 法^[4]制备陶瓷纤维中, 为降低纤维的制备成本, 常采用无机盐为原料。本试验以硝酸钡、氯化钛为原料, 研究发现, 硝酸钡难溶于溶剂(乙醇、水、乙酸溶液、硝酸溶液)中, 氯化钛在水溶液中易水解, 产生白色沉淀。本试验分别以氢氟酸溶解硝酸钡和二氧化钛(水热温度 80 °C, 时间 48 h), 将两种溶液混合后, 立即产生白色沉淀。研究发现, 以无机盐为原料, 水溶液为溶剂, 不能用 Sol-Gel 法制备 BaTiO_3 纤维, 其原因还需进一步研究。

本试验以过量冰醋酸溶解氢氧化钡, 以乙醇溶

收稿日期: 2012-12-13

作者简介: 谭宏斌(1977-), 男, 四川武胜人, 副教授, 博士, 主要从事陶瓷纤维的研究。

解钛酸四丁酯,两种溶液混合后,加入少量水,使其醇盐水解。研究发现,加水后,溶液立即变为果冻状凝胶。这主要是因为钛酸四丁酯水解速率较快所致。

根据上述研究,本实验用乙二醇甲醚溶解醋酸钡,无水乙醇溶解钛酸四丁酯,以冰醋酸为催化剂兼络合剂,并加入乳酸为络合剂,制备了钛酸钡前驱体溶胶。

为提高溶胶的纺丝性能,常用聚乙烯吡咯烷酮(PVP)、聚乙二醇(PEG)和聚乙烯醇(PVA)为纺丝助剂。本实验用 PVP 为纺丝助剂(加入量为 1 g),凝胶纤维的长度大于 40 cm(见图 1)。PVP 提高溶胶的可纺性能的原因为:PVP 为线形聚合物,整个分子有很大的柔顺性,酰胺强极性基团中的 N 和 O 原子能与溶胶中的 Ti^{4+} 和 Ba^{2+} 粒子或 Ti 和 Ba 的胶粒配位,使溶胶的纺丝性能增加。但研究发现,加入 PVP 后,煅烧得到的纤维,其强度极低,易发生脆断。关于纤维强度的影响因素,还需进一步研究。

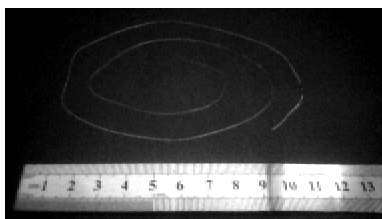


图 1 钛酸钡前驱体凝胶纤维照片

凝胶纤维在 900 °C 煅烧 1 h 后的 XRD 图谱如图 2 所示。由图可见,图中尖锐的峰为 BaTiO_3 的特征衍射峰,无其他杂峰,该衍射峰与标准立方相 BaTiO_3 的衍射峰一致,表明制备的陶瓷纤维结晶完整,物相为立方 BaTiO_3 相。

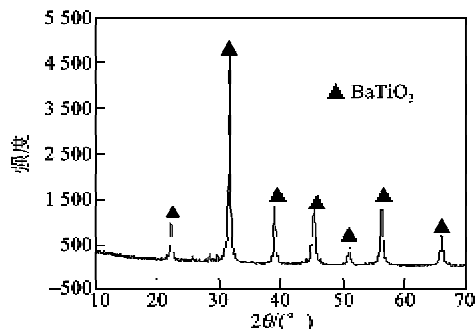


图 2 BaTiO_3 凝胶纤维在 900 °C 煅烧 1 h 后的 XRD 图
 BaTiO_3 前驱体凝胶纤维在 900 °C 煅烧 1 h 后

的 SEM 照片如图 3 所示。由图可见,纤维直径约为 $\varnothing 40 \mu\text{m}$,纤维表面较光滑,直径均匀。

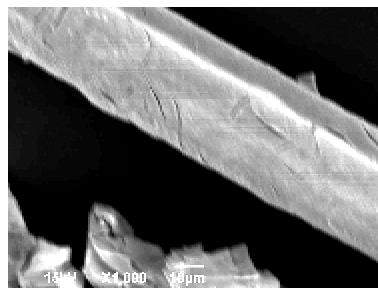


图 3 BaTiO_3 凝胶纤维在 900 °C 煅烧 1 h 后的 SEM 图

3 结束语

用溶胶-凝胶法,以钛酸四丁酯和醋酸钡为原料,以无水乙醇和乙二醇甲醚为溶剂,以冰醋酸和乳酸为络合剂,制备了钛酸钡陶瓷纤维。凝胶纤维在 900 °C 煅烧 1 h 后,物相为立方 BaTiO_3 相,纤维直径约为 $\varnothing 40 \mu\text{m}$,纤维表面较光滑,直径均匀。

参考文献:

- [1] LU Q, CHEN D, JIAO X. Preparation and characterization of BaTiO_3 long fibers by Sol-Gel process using catechol complexed alkoxide[J]. Journal of Sol-Gel Science and Technology, 2002, 25: 243-248.
- [2] 庄志强, 黄浩源, 王歆, 等. 无铅压电陶瓷的制备与性质[J]. 华南理工大学学报: 自然科学版, 2007, 35(10): 105-110.
ZHUANG Zhiqiang, HUANG Haoyuan, WANG Xin, et al. Preparation and properties of lead-free piezoelectric ceramics[J]. Journal of South China University of Technology: Natural Science Edition, 2007, 35(10): 105-110.
- [3] 刘伟华, 翟学良, 宋双居. 溶胶-凝胶法制备钛酸钡陶瓷纤维[J]. 功能材料, 2007, 38(增刊): 681-683.
LIU Weihua, ZHAI Xueliang, SONG Shuangju. Preparation and characterization of BaTiO_3 ceramic fibers by Sol-Gel process[J]. Journal of Functional Materials, 2007, 38(suppl.): 681-683.
- [4] 王振林. 不锈钢表面羟基磷灰石涂层的溶胶凝胶法制备[J]. 重庆理工大学学报: 自然科学版, 2010(1): 103-106.
WANG Zhenlin. Sol-Gel hydroxyapatite coatings on stainless steel substrates[J]. Journal of Chongqing University of Technology: Natural Science, 2010(1): 103-106.