

文章编号: 1000-324X(2002)03-0489-08

# 热处理对掺锑二氧化锡纳米导电粉粒度和性能的影响

李青山, 张金朝, 宋 鹂

(华东理工大学材料科学与工程学院, 上海 200237)

**摘 要:**  $\text{SnO}_2$  超细粉用作透明导电膜和导电涂料具有广阔的应用前景. 以  $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{SbCl}_3$  为原料, 在掺杂浓度  $\text{Sb}_2\text{O}_3:\text{SnO}_2=9:100$ (重量比)的条件下, 采用共沉淀法制得了纳米级的  $\text{SnO}_2$  超细粉. 运用差示扫描量热法-失重分析(DSC-TG)、X射线衍射(XRD)、透射电镜(TEM)和紫外可见光光谱分析(UV)等观测手段对微粉末进行了表征, 比较系统地研究了热处理工艺(温度、时间)对粉末颗粒度和电阻的影响规律, 探讨了掺锑  $\text{SnO}_2$  导电粉的显色特性.

**关 键 词:** 纳米级掺锑  $\text{SnO}_2$  导电粉; 热处理; 微粉末特性

**中图分类号:** TQ 174 **文献标识码:** A

## 1 引言

掺杂  $\text{SnO}_2$  纳米级微粒由于兼具超细粒子和  $\text{SnO}_2$  的物化特征, 作为玻璃上用透明导电氧化物(TCO)薄膜具有低电阻率、高可见光透过率和高红外光反射率等优点, 被广泛用于太阳能电池、电致发光、液晶显示(LCD)和建筑用低辐射率玻璃等领域中. 常用于这些领域的 N 型半导体有掺铟氧化锡(ITO)、掺氟或掺锑氧化锡(FTO、ATO)、掺铝或掺镓氧化锌(AZO、GZO). 由于 ATO 的机械性能和热稳定性比 ITO 高, ATO 将有更为广泛的应用前景<sup>[1,2]</sup>.  $\text{SnO}_2$  粉末原料的特性对光电器件的制备过程及制品的性能有明显的影 响, 为获得这些高性能玻璃薄膜器件, 必须合成粒度分布均匀、单分散性好的  $\text{SnO}_2$  超微粒子<sup>[3]</sup>.

共沉淀法是制备单分散超微粒子一种极好的方法<sup>[4]</sup>, 和应用较多的溶胶-凝胶法相比, 共沉淀法在制备  $\text{SnO}_2$  超细粉的应用中具有制备工艺简单、制备条件易控和合成周期短等优点. 然而, 由于纳米材料是亚稳态的, 在不同热处理条件下, 其性能将会发生相应的变化, 因此在应用前研究材料的合成和热稳定性能十分必要. 在共沉淀法制备掺杂  $\text{SnO}_2$  超细粉各操作参数中, 热处理工艺对粉末结构和性能有很大的影响, PÜTZ J 等人<sup>[5]</sup>就热处理过程中升温速率对掺锑  $\text{SnO}_2$  粉末微观结构和宏观性能的影响作了非常系统的研究. 本工作的目的在于采用共沉淀法, 以  $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{SbCl}_3$  为原料, 制备粒度分布均匀、单分散性能优良的纳米级掺锑  $\text{SnO}_2$ (ATO)导电微粉, 并就热处理温度和热处理时间对粉末结构和性能的影响进行系统研究.

## 2 实验

### 2.1 样品的制备

收稿日期: 2001-05-17, 收到修改稿日期: 2001-06-01

作者简介: 李青山(1974-), 男, 博士研究生.

根据我们考察掺锑浓度对二氧化锡微粉末性能影响的结果,在掺杂浓度  $\text{Sb}_2\text{O}_3:\text{SnO}_2=9:100$ (重量比)左右,粉末粒径及电阻均比较小,故本实验中涉及的掺杂二氧化锡均采用该种掺杂浓度.

采用共沉淀法,以  $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (分析纯)和  $\text{SbCl}_3$ (分析纯)为原料,按  $\text{Sb}_2\text{O}_3:\text{SnO}_2=9:100$ (重量比)称好一定量的  $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{SbCl}_3$ ,将它们溶于一定量的盐酸溶液,形成透明强酸性溶液.运用双滴加料,同时将酸性溶液和氨水溶液滴加入盛有一定量蒸馏水并恒温的容器中,维持一定的 pH 值,并持续搅拌,至反应完成,形成浅黄色沉淀.含浅黄色沉淀的母液在室温静置陈化一段时间后,用快速定性滤纸进行真空抽滤,所得滤饼先后用蒸馏水和酒精洗涤数次.洗涤后所得滤饼置于烘箱,在  $80^\circ\text{C}$  下干燥,得到浅黄色干粉.将干粉放入高温炉煅烧并研细,获得灰蓝色掺锑二氧化锡超细粉.工艺流程图如图 1 所示.

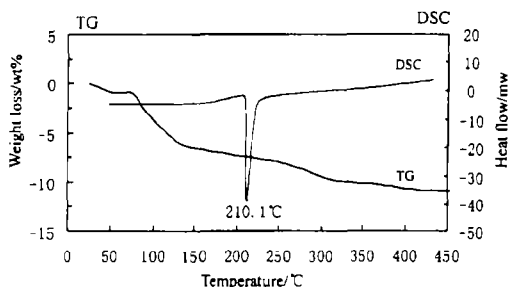


图 2 掺锑  $\text{SnO}_2$  干粉典型的 DSC-TG 曲线  
Fig. 2 Typical DSC-TG curves of antimony-doped  $\text{SnO}_2$  dry powders

### 3 结果和讨论

#### 3.1 差示扫描量热法 - 失重分析 (DSC-TG)

图 2 为干粉样品典型的 DSC-TG 曲线.根据曲线分析,室温至约  $100^\circ\text{C}$ ,样品脱除物理吸附水,该阶段的失重程度取决于  $80^\circ\text{C}$  干燥后残留在样品中的吸附水量.在  $210^\circ\text{C}$  附近, DSC 曲线上出现一个大的吸热峰,这是由样品失去结构水所致,在该温度区, TG 曲线上形成一个较明显的失重台阶,样品失重达 10%,对应于结构水的脱除,

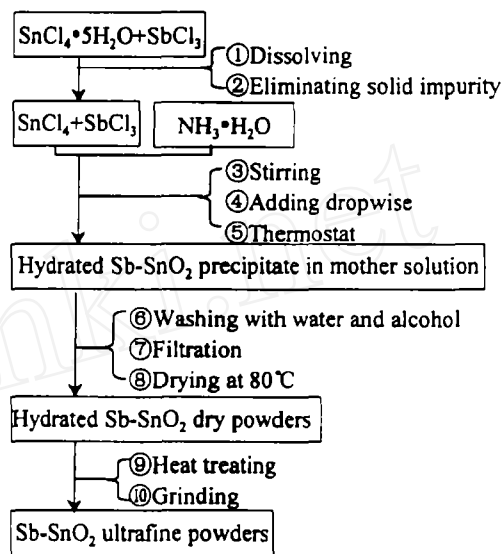


图 1 共沉淀法制备掺锑  $\text{SnO}_2$  超细粉工艺流程图

Fig. 1 Preparing procedure of antimony-doped  $\text{SnO}_2$  ultrafine powders by coprecipitation

#### 2.2 样品的组织分析与性能测试

采用 CRY-Y 型差热仪和 WRT-1 型热重仪测定干粉样品 DSC-TG 曲线,扫描范围:室温至  $460^\circ\text{C}$ ,升温速率  $20\text{K}/\text{min}$ ,  $\text{N}_2$  气保护.利用 Rigaku Dmax/III A 型 X 射线粉末衍射仪进行物相定性和结构分析,并运用 Scherrer 公式测定样品的晶粒平均尺寸.采用 TEM-1200EX II 型装置得到用于观察颗粒形貌的 TEM 照片,借此照片对颗粒尺寸进行实测.样品电阻的测试采用自制的装置.纯二氧化锡和掺锑二氧化锡粉末的反射光谱由 UV-260 型紫外可见光光谱仪测得.

该反应近 300°C 即可完成. 此后的失重可能与残留  $\text{NH}_4\text{Cl}$  的分解与挥发有关.

### 3.2 热处理工艺对粉末粒性的影响

#### 3.2.1 热处理温度对粉末粒性的影响

将实验制得的干粉样品分别于 80~1200°C 下进行热处理, 热处理时间均为 2h, 对不同热处理温度样品进行 XRD 测试, 图 3 为 XRD 谱图. 从图 3 可以看出, 较高温度处理 ( $\geq 300^\circ\text{C}$ ) 样品的 X 射线衍射数据与四方相  $\text{SnO}_2$  的 JCPDS 标准卡片 (卡片号: 21-1250) 大致相符, 表明样品具有四方相的金红石结构. 即使是 80°C 干燥处理的样品, 其三个宽化峰  $d[110]=3.424\text{\AA}$ ,  $d[101]=2.696\text{\AA}$ ,  $d[211]=1.765\text{\AA}$ , 也与四方相  $\text{SnO}_2$  相应晶面对应. 在实验所用掺杂浓度样品中, Sb 的掺杂并没有带来新的物相结构, 但是它使样品衍射峰的位置发生了较小的迁移. 这也表明共沉淀法较好地实现了复合掺杂. 图 3 还表明, 低温样品 ( $<600^\circ\text{C}$ ) 的 XRD 谱图只显示出 [110]、[101] 和 [211] 面等强衍射峰, 其它弱的衍射峰不明显, 随热处理温度的升高, 衍射峰逐渐尖锐, 衍射峰强度增加, 其 XRD 谱图中 [200]、[220]、[310]、[112] 和 [301] 面等弱衍射峰也逐渐明显, 说明  $\text{SnO}_2$  的晶化特征逐渐明显, 晶体结构愈趋完整.

由于晶粒尺寸而引起 X 射线衍射线宽化, 可运用 Scherrer 公式计算对应晶粒平均尺寸. 实验所用 Scherrer 计算粒度为根据样品 [110]、[101] 和 [211] 面对应三峰宽计算而得到的平均值. 图 4 为根据图 3 计算的样品粒度与热处理温度的关系曲线, 如图所示, 随着热处理温度的提高, 晶粒尺寸逐渐增大. 在低温区 ( $<600^\circ\text{C}$ ), 晶粒长大缓慢; 热处理温度继续提高, 样品的晶化已相当完全, 晶粒迅速长大, 1200°C 时计算粒度达 44.2nm.

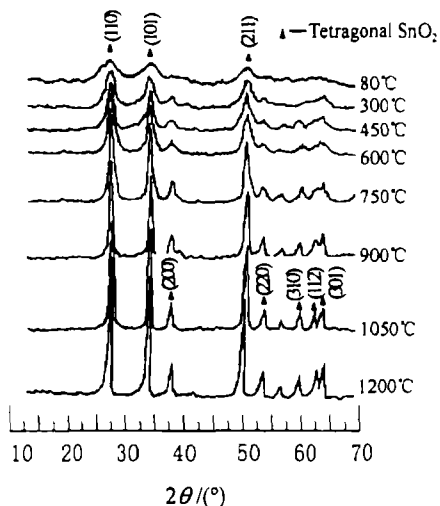


图 3 不同热处理温度下获得的掺锑  $\text{SnO}_2$  超细粉的 XRD 谱图

Fig. 3 XRD patterns of antimony-doped  $\text{SnO}_2$  powders with different heating temperatures

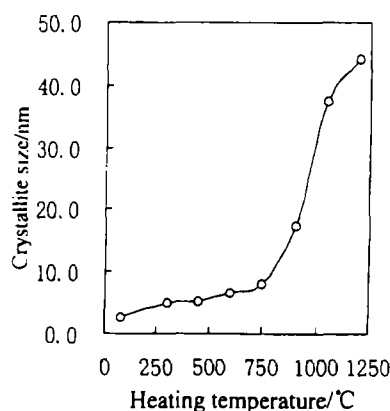


图 4 掺锑  $\text{SnO}_2$  粉末晶粒平均尺寸与热处理温度关系曲线

Fig. 4 Relationship between crystallite size and heating temperature

为了更好地观察颗粒形貌和尺寸, 对样品进行了 TEM 分析. 图 5(a)~(c) 分别为 300、600 和 1200°C 样品的 TEM 照片, 在放大 10 万倍的情况下, 观测粉末图像, 颗粒呈现不规则椭球形. 300°C 样品颗粒度极小, 约为 5nm; 600°C 粉末粒度分布均匀、单分散性较好, 其形状趋于不规整, 颗粒度约 10nm 左右; 1200°C 粉末颗粒度  $>100\text{nm}$ , 颗粒边界有棱角出

现,这是由于纳米晶粒的晶型趋于完整.从中看出,颗粒度随热处理温度的变化趋势与按照XRD结果,用Scherrer公式计算粒度法分析结果一致.但是,就求算的粒度绝对值而言,Scherrer公式计算粒径小于TEM测定值,热处理温度越高差距越大.这是由于Scherrer公式计算粒径为晶粒度,TEM测定值为颗粒度.同时又有其它方面的致宽因素影响了Scherrer公式计算粒径的准确性:首先,涉及到Scherrer公式的使用前提,即晶体中没有不均匀应变等晶格缺陷存在,衍射线宽化纯属是由于晶粒尺寸大小而引起,当样品结晶度情况及晶体内部不是完整的理想晶体时,同样会导致衍射峰宽化,而此时并不意味着晶粒度一定小;其次,颗粒是否为单晶粒或多种型式的多晶粒团聚体.对高温样品而言,由于难以准确测定高温样品X射线衍射峰半高宽宽化值,这种不准确性更为严重.

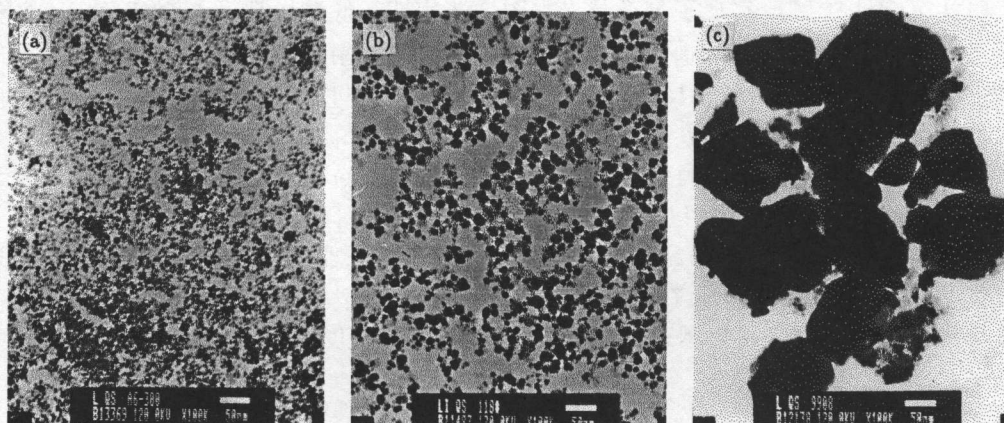


图 5 不同温度下热处理掺锡 SnO<sub>2</sub> 超细粉的 TEM 照片

Fig. 5 TEM photographs of antimony-doped SnO<sub>2</sub> powders with different heating temperatures

(a) 300°C; (b) 600°C; (c) 1200°C

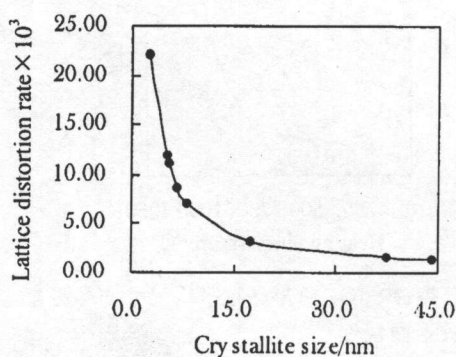


图 6 纳米晶粒的晶格畸变率与平均晶粒度的关系

Fig. 6 Relationship between lattice distortion rate and crystallite size

纳米晶粒中的晶格缺陷依据式(2)<sup>[6]</sup>可以求得不同热处理温度样品的晶格畸变率,其变化趋势如图6所示.

$$(2\omega)^2 \cos^2 \theta = 4\lambda^2 / (\pi^2 D^2) + 32 \langle \epsilon^2 \rangle \sin^2 \theta \quad (2)$$

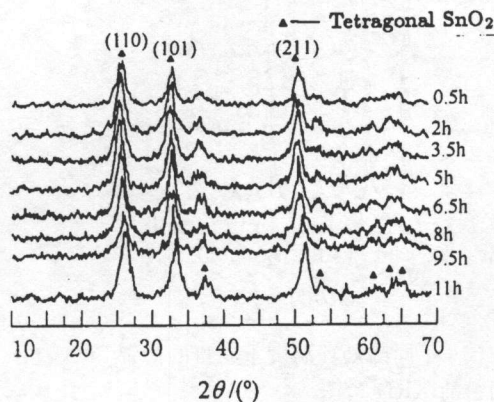


图 7 不同热处理时间下获得的掺锡 SnO<sub>2</sub> 超细粉的 XRD 谱图

Fig. 7 XRD patterns of antimony-doped SnO<sub>2</sub> powders with different heating time

式中  $2\omega$  为经仪器校正后 ( $hkl$ ) 衍射峰的半高宽,  $\theta$  为该衍射峰所对应的 Bragg 角,  $D$  为垂直于晶面 ( $hkl$ ) 方向晶粒的平均粒径,  $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$  为晶体在垂直于晶面 ( $hkl$ ) 方向上的晶格畸变率. 图 6 为 [110]、[101] 和 [211] 三峰面平均晶格畸变率与平均晶粒尺寸间的关系曲线. 由图 6 可以看出, 随热处理温度的升高, 纳米粉末的晶格畸变率逐渐变小. 这是由于纳米粉末表面原子和体相原子所处的晶体场环境不同, 表面原子的排列较为无序, 断键、悬链等缺陷较多, 粒径越小, 表面原子所占比例越大, 缺陷越多, 晶格畸变率越大. 高温热处理样品粒径较大, 晶体结构趋于完整, 晶格畸变率随之减小.

### 3.2.2 热处理时间对粉末粒性的影响

将实验制得的干粉样品在  $600^\circ\text{C}$  下分别处理 0.5~11h, 对不同热处理时间样品进行 XRD 测试, 图 7 为 XRD 谱图. 从 XRD 谱图可以看出, 样品具有四方相的金红石结构, 热处理时间长的样品晶化特征更加明显, 晶体结构愈趋完整. 图 8 为根据图 7 计算的样品晶粒平均尺寸与热处理时间的关系曲线, 显然热处理时间的延长对掺锑二氧化锡的晶粒平均尺寸影响不明显. 从样品的 TEM 照片, 也可以观测到同样的趋势. 这与文献 [7] 所用 Sol-Gel 法研究结果一致. 在热处理初始阶段, 计算晶粒度有微弱增大, 随后晶粒度保持不变, 当保温到一定时间后, 晶粒度又出现缓慢增长趋势. 热处理时间  $< 2\text{h}$ , 样品处于结构转变调整期, 由趋向于无定形态的四方  $\text{SnO}_2$  水合物转变为金红石型  $\text{SnO}_2$ , 晶体结构还不完整, 缺陷较多, 由此也引起 XRD 衍射线宽化, 使样品 Scherrer 计算晶粒度偏小, 延长热处理时间, 晶粒按双球模型凝结, 原始晶粒间仅仅是点接触, 不可能凝聚更多粒子, 就凝聚在一起的各个晶粒而言并无明显长大. 随着晶粒的凝聚, 更大一些的凝聚体中心距增大, 难以进一步凝聚, 凝聚体处于自我调整期, 晶体结构逐渐完善, 体系达到较低的能量状态而稳定存在, 故晶粒度增长处于“自保阶段”, 晶粒相比前一阶段并无明显长大; 进一步延长热处理时间 ( $> 8\text{h}$ ), 样品中细晶粒将缓慢增长, 这种晶粒长大并不是小晶粒的相互凝结, 而是凝集体内晶粒表面扩散和晶界位移的结果.

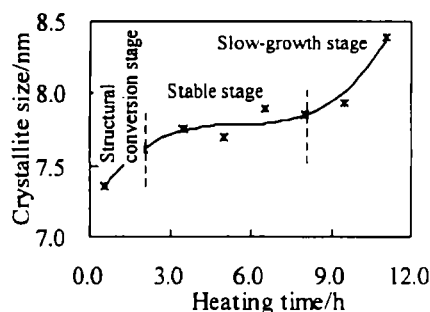


图 8 掺锑  $\text{SnO}_2$  粉末晶粒平均尺寸与热处理时间关系曲线

Fig. 8 Relationship between average crystallite size and heating time

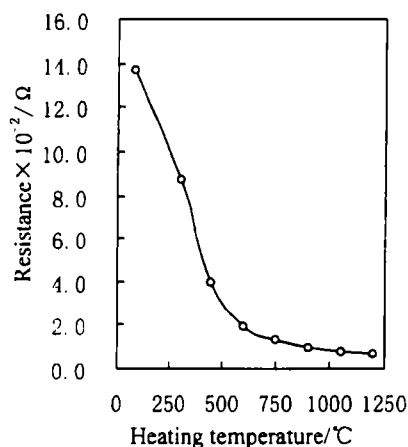


图 9 热处理温度对掺锑  $\text{SnO}_2$  粉末电阻的影响  
Fig. 9 Dependence of antimony-doped  $\text{SnO}_2$  powders resistance on heating temperature

### 3.3 热处理工艺对粉末电阻的影响

#### 3.3.1 热处理温度对粉末电阻的影响

图 9 为掺锑  $\text{SnO}_2$  粉末电阻随热处理温度的变化趋势图. 可见, 粉末电阻受热处理温

度的影响很大,并形成两个明显的变化阶段,在热处理温度  $<600^{\circ}\text{C}$  时,随热处理温度的升高,粉末电阻迅速下降,而当热处理温度处于  $600^{\circ}\text{C}$  以上时,粉末电阻略有减小。

对粉末电阻  $R$  来说,它由三个部分决定,即

$$R = \sum R_g + \sum R_c + \sum R_b \quad (3)$$

其中,  $\sum R_g$  为导电粉末的自身电阻,  $\sum R_c$  为粉末直接接触电阻,  $\sum R_b$  为夹层接触时的位垒电阻。较大的粉末电阻主要来源于接触电阻和位垒电阻。低温阶段 ( $<600^{\circ}\text{C}$ ) 粉末电阻的迅速下降对应于  $\text{SnO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  到  $\text{SnO}_2$  的结构转变和结构调整,从前面的分析可知,低温处理的样品,其结晶度较差,晶体缺陷较多,缺陷对载流子散射加强,其本征导电率比较低,具有较大的  $\sum R_g$ ,同时其粒度比较小,  $\sum R_c$ 、 $\sum R_b$  较大,所以粉末电阻比较大。需要指出的是,在该阶段粉末粒度不是影响导电率的关键。Terrier C 等人认为<sup>[8~10]</sup>,在掺锡氧化锡复合氧化物中,锡处于  $[\text{Sb}^{3+}]$  和  $[\text{Sb}^{5+}]$  之间,当样品掺杂浓度比较低且处于空气中时,  $[\text{Sb}^{5+}]$  占据主导地位。提高热处理温度,固溶于  $\text{SnO}_2$  中的  $[\text{Sb}^{5+}]$  增多,载流子浓度增加,并且样品晶体结构比较完整,散射作用减弱,颗粒度逐渐增大,致使粉末电阻的三个组成部分均降低,故在高温阶段粉末电阻略微降低。

### 3.3.2 热处理时间对粉末电阻的影响

热处理时间对粉末电阻的影响情况如图 10 所示。从图中可以了解到,随热处理时间的延长,粉末电阻有减小的趋势,在保温初期电阻下降较快,约 3.5h 后,电阻趋向于一个稳定值。如前所述,保温开始阶段样品结构转变并没有完成,样品为  $\text{SnO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  和四方  $\text{SnO}_2$  的混合物,晶粒度较小,缺陷较多,粉末电阻的  $\sum R_g$  项比较高,粉末电阻较大。随着热处理时间的延长,晶体结构逐渐完整,晶粒缓慢长大,  $\sum R_g$  逐渐下降,粉末电导性能变好。结合图 8 所示,晶粒度对热处理时间的变化极不敏感,所以热处理时间对粉末的  $\sum R_c$ 、 $\sum R_b$  项影响很小,在实验所采用的热处理时间范围内,粉末电阻的减小趋势由  $\sum R_g$  决定。图 10 中还显示,在低的热处理温度下,粉末电阻较大,晶体结构转变需要较长的时间,而热处理温度高,晶体结构转变和调整更为迅速。

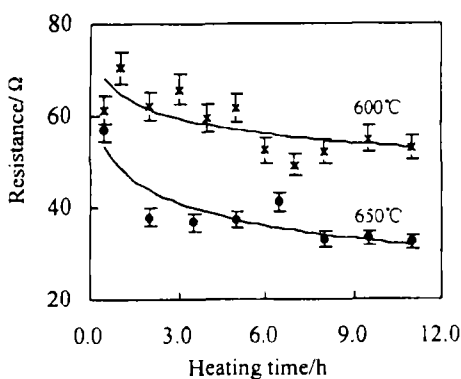


图 10 热处理时间对掺锡  $\text{SnO}_2$  粉末电阻的影响

Fig. 10 Dependence of antimony-doped  $\text{SnO}_2$  powders resistance on heating time

### 3.4 掺锡 $\text{SnO}_2$ 粉末的显色特性

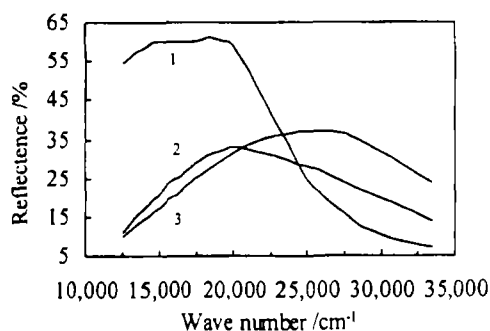


图 11 纯  $\text{SnO}_2$  和掺锡  $\text{SnO}_2$  超细粉的反射光谱图

Fig. 11 Reflectance spectra of pure  $\text{SnO}_2$  and antimony-doped  $\text{SnO}_2$  powders

1-Pure  $\text{SnO}_2$  fired at  $600^{\circ}\text{C}$ ; 2, 3-Antimony-doped  $\text{SnO}_2$  heat treated at  $600^{\circ}\text{C}$  and  $900^{\circ}\text{C}$  respectively

微粉末自身的颜色对最终制得的玻璃薄膜透光率有重要的影响。SnO<sub>2</sub> 具有大的能隙,  $E_g=3.60\text{eV}$ , 在可见光谱中没有光能被吸收, 所以纯体相 SnO<sub>2</sub> 没有颜色, 在可见光区域是透明的, 既不吸收光也不发射光。本实验制得的掺锑 SnO<sub>2</sub> 微粉呈现浅蓝色, 在可见光区有较强的吸收。图 11 为不同热处理温度下制得样品的反射光谱图。纯二氧化锡粉末呈现出淡黄色, 电子从价带激发到导带需吸收高能量波段的光, 反射了低能量区较宽波段的光。掺锑 SnO<sub>2</sub> 粉末的反射峰有移向高能区的趋势, 并形成相对较窄的单一反射峰, 随着热处理温度上升, 掺锑 SnO<sub>2</sub> 粉末反射峰发生蓝移, 样品呈现浅蓝色, 其色调随热处理温度的升高而加深。由于掺杂锑主要以  $[\text{Sb}^{5+}]$  形式存在于 SnO<sub>2</sub> 中,  $[\text{Sb}^{5+}]$  引起的“过剩”电子形成施主能级, 这些电子可以被比较小的能量激发进入导带, 由此在可见光区吸收相应波长的光, 使物质呈现特异的浅蓝色。热处理温度升高时, 固溶于 SnO<sub>2</sub> 中的  $[\text{Sb}^{5+}]$  增多<sup>[9,10]</sup>, 施主能级电子更易于激发跃迁, 同时由于量子尺寸效应的影响, 使得高温样品反射峰蓝移, 样品蓝色调加深。从图 11 还可以观察到, 同纯 SnO<sub>2</sub> 反射谱相比, 掺杂样品没有明显的带边, 说明掺锑 SnO<sub>2</sub> 样品中载流子的定域性很低, 更易于在电场作用下发生跃迁, 这也是对应样品电导率增加的原因。

#### 4 结论

1. 以  $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{SbCl}_3$  为原料, 在掺杂浓度  $\text{Sb}_2\text{O}_3:\text{SnO}_2=9:100$ (重量比) 的条件下, 采用共沉淀法成功制得了粒度分布均匀、单分散性比较好的纳米级掺锑 SnO<sub>2</sub> 超细粉。所得掺锑 SnO<sub>2</sub> 微粉具有金红石结构。

2. 热处理温度对粉末粒度有较大的影响, 低温 ( $<600^\circ\text{C}$ ) 样品粒度约 10nm 左右, 高温情况下进行热处理 ( $>600^\circ\text{C}$ ), 样品粒度达几十个纳米。热处理温度对掺锑 SnO<sub>2</sub> 粉末电阻影响比较明显, 低温样品电阻受控于较大的  $\sum R_g$ , 高温样品电阻的降低由  $\sum R_g$ 、 $\sum R_c$  和  $\sum R_b$  三者共同作用所致。兼顾粉末粒度和电导特性, 合适的热处理温度为  $600^\circ\text{C}$ 。

3. 热处理时间对晶粒平均尺寸影响不明显。粉末电阻随着热处理时间的延长缓慢减小, 其减小趋势主要由  $\sum R_g$  的变化决定。同时考虑粉末粒度和电导特性, 合适的热处理时间为 3.5h。

4. 掺锑 SnO<sub>2</sub> 微粉呈现浅蓝色是由掺入 Sb 引入施主能级所致。高温热处理样品呈现不同的蓝色调归因于载流子浓度的增加及量子尺寸效应。

#### 参考文献

- [1] Burgard D, Goebbert C, Nass R. *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, 1998, **13**: 789-792.
- [2] Tong Hua-sou, Hu Chung-min, Hsu Mi-yui, et al. *Multilayer Antistatic/Antireflective Coating for Display Device. USA, United States Patent*, 5652477, Jul. 29, 1997.
- [3] Sager Wiebke, Eicke Hans-Friedrich, Sun Weili. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 1993, **79**: 199-216.
- [4] Vincent Colin A, Weston D G C. *J. Electrochem. Soc.: SOLID STATE SCIENCE AND TECHNOLOGY*, 1972, **119** (4): 518-521.
- [5] Pütz J, Ganz D, Gasparro G, et al. *Journal of Sol-Gel and Technology*, 1998, **13**: 1005-1010.
- [6] 李 泉, 曾广赋, 席时权. 应用化学, 1995, **12** (2): 67-71.
- [7] Kanamori Y, Okamoto Y, Ohya Y, et al. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 1995, **103** (2):

113-116.

- [8] Terrier C, Chatelon J P, Roger J A. *Thin Solid Films*, 1997, **295**: 95-100.
- [9] Goebbert C, Aegerter M A, Burgard D, *et al.* *J. Mater. Chem.*, 1999, **9**: 253-258.
- [10] 薄占满 (BO Zhan-Man). 无机材料学报 (Journal of Inorganic Materials), 1990, **5** (4): 324-329.

## Influences of Heat-Treatment on the Particle Size and Properties of Conductive Nanometer-Sized Antimony-Doped Tin Dioxide Powders

LI Qing-Shan, ZHANG Jin-Chao, SONG Li

(College of Materials Science and Engineering, East China University of Science and Technology, Shanghai 200237, China)

**Abstract:** Tin dioxide ultrafine powders used as transparent conductive films and conductive paints have extensive application prospects. Antimony-doped tin dioxide ultrafine powders in size of nanometers were prepared by chemical coprecipitation by using  $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  and  $\text{SbCl}_3$  as precursors with the doped concentration of  $\text{Sb}_2\text{O}_3:\text{SnO}_2 = 9:100$  (weight rate). The characteristics of the powders were investigated by differential scanning calorimetry and thermogravimetric analysis (DSC-TG), X-ray diffraction (XRD), transmission electron microscope (TEM) and ultraviolet spectrum analysis (UV). The influences of heating temperature and heating time on the particle size and powders resistance were researched. The reason of the powders emerging light blue was also derived.

**Key words** conductive nanometer-sized antimony-doped  $\text{SnO}_2$  powders; heat-treatment; properties of antimony-doped  $\text{SnO}_2$  powders