

# 辣椒素/有机蒙脱土的制备及其缓释性能研究\*

董玲玲<sup>1</sup>, 李引乾<sup>1</sup>, 史雁暇<sup>1</sup>, 曹新宇<sup>2</sup>, 马永梅<sup>2</sup>, 石广钦<sup>2</sup>, 孙睿<sup>1</sup>

(1 西北农林科技大学动物医学院, 杨凌 712100; 2 中国科学院化学研究所新材料室, 北京 100190)

**摘要** 利用溶液插层方法成功制备了不同载药量的辣椒素(Capsaicin, CAP)/有机蒙脱土(OMMT)复合物。通过 X 射线衍射(XRD)、红外吸收光谱(FTIR)、热重分析(TGA)对复合物的插层结构、相互作用及其热稳定性进行了分析。结果表明,载药后蒙脱土层间距由 1.9 nm 增加到 3.7 nm,即形成了辣椒素/蒙脱土纳米插层结构,并且该复合物有效地提高了辣椒素的热稳定性,使辣椒素的热分解温度升高到 240 ℃。从药物体外释放实验结果可知,复合物的药物缓释时间为 48 h,对辣椒素具有明显的药物缓释效果。这种辣椒素/有机蒙脱土长效抗菌复合材料有望作为抗菌塑料添加剂。

**关键词** 辣椒素 有机蒙脱土 插层 缓释  
**中图分类号:** TB332 **文献标识码:** A

## Research on Preparation and Sustained Release Property of Capsaicin/OMMT

DONG Lingling<sup>1</sup>, LI Yinqian<sup>1</sup>, SHI Yanxia<sup>1</sup>, CAO Xinyu<sup>2</sup>, MA Yongmei<sup>2</sup>,  
SHI Guangqin<sup>2</sup>, SUN Rui<sup>1</sup>

(1 College of Veterinary Medicine, Northwest A & F University, Yangling 712100; 2 Laboratory of New Materials, Institute of Chemistry, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190)

**Abstract** Capsaicin/OMMT composites with different drug-loaded amounts were successfully prepared by solution intercalation method. The composite products were characterized by X-ray diffraction (XRD), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and thermal gravimetric analysis (TGA). The results show that the layer space of OMMT increased from 1.9 nm to 3.7 nm and capsaicin insert into the OMMT interlayers. The thermal stability of capsaicin was obviously improved by the intercalation and the decomposition temperature of the composite was improved to 240 ℃. The time of the drug sustained release was 48 h by in vitro release test, such composite shows sustained release of capsaicin. These composite could be an antibacterial plastic additives.

**Key words** capsaicin, organic montmorillonite, intercalation, sustained release

### 0 引言

蒙脱土是一种具有纳米层状结构的硅酸盐,作为聚合物增强填料、药物和催化剂的载体、增稠剂、吸附剂等广泛应用于医药、化工、农业、环境等领域<sup>[1-6]</sup>。蒙脱土本身具有一定的药理作用,口服安全,不易进入血液循环,临床上用于治疗食道炎、胃炎、腹泻的药物思密达的主要成分就是蒙脱土。近年来,以蒙脱土为药物载体的研究受到国内外的广泛关注。药物可以通过离子交换、氢键作用、形成络合物或配合物等方式进入蒙脱土层间<sup>[6,7]</sup>,以蒙脱土作为药物载体,可以有效延长药物作用时间,减少给药次数。例如,抗肿瘤药 5-氟尿嘧啶<sup>[8]</sup>,抗菌消炎类药物阿米卡星、布洛芬等<sup>[9-12]</sup>,酶的稳定剂牛血清白蛋白(BSA)等<sup>[13-16]</sup>都可以与蒙脱土形成插层复合物和缓释体系。

辣椒素是一种天然的抗菌剂,抗菌效果好,不易产生耐

药性,但具有刺激性大、半衰期短、不良反应明显等缺点,致使其应用受到了一定的限制。乳酸-羟基乙酸共聚物(PLGA)、二氧化硅等作为药物载体<sup>[17-22]</sup>,对于延长辣椒素药效,降低其毒副作用,都有一定的效果,但对于辣椒素/蒙脱土复合物的研究还未见报道。本研究以有机蒙脱土为载体,采用溶液插层,成功制备载药量达 33.7%的辣椒素/有机蒙脱土复合物,药物体外释放实验表明,该体系对辣椒素具有明显的缓释作用。TGA 分析得出,辣椒素/有机蒙脱土复合体系有效地提高了辣椒素的热稳定性,扩展了辣椒素和蒙脱土的应用范围,使得该复合物有望成为一种多功能的聚合物填料<sup>[23-26]</sup>。

### 1 实验

#### 1.1 原料与仪器

合成辣椒素,纯度 95.2%,武汉远城科技发展有限公司;

\* 国家自然科学基金(51073163);国家 863 计划(2010AA03A406)

董玲玲:女,1987 年生,硕士生,研究方向为医药用新材料及药物研发 E-mail:donglingling66@iccas.ac.cn 李引乾:通讯作者,男,1962 年生,博士,教授,研究方向为兽医药理学与毒理学 E-mail:liyinqian628@163.com

有机蒙脱土(自制,十六烷基三甲基溴化铵改性<sup>[27]</sup>);三氯甲烷,分析纯,北京化工厂;0.45 μm 微孔滤膜,上海楚柏实验设备有限公司;透析袋,22 mm×34 mm,截留分子量 14000 Da,北京瑞达恒辉科技发展有限公司。

HZ-9202S 型水浴恒温振荡器,太仓市科器材厂;KQ-100DB 超声波清洗器,巩义市英峪予华仪器厂;UV-1601PC 紫外可见分光光度计,日本岛津公司;Tenors27 傅里叶变换红外光谱仪,Bruker 公司;D/max-2500 X 射线粉末衍射分析仪,日本 Rigaku;Pyris1 热重分析仪,美国 PE 公司。

## 1.2 辣椒素/有机蒙脱土复合物的制备方法

将一定量有机蒙脱土分散在 40 mL 三氯甲烷中,搅拌 1 h,超声 20 min,采用 0.1%(质量分数)的盐酸溶液调节溶

$$\text{载药量} = \frac{\text{辣椒素总投入量(mg)} - \text{上清液中的辣椒素量(mg)}}{\text{载药有机蒙脱土总量(mg)}} \times 100\%$$

## 1.4 辣椒素/有机蒙脱土复合物的表征

红外光谱测试采用 KBr 压片法,扫描范围 4000~400 cm<sup>-1</sup>。X 射线粉末衍射分析的测试条件为 Cu K<sub>α</sub> 辐射线,电压 40 kV,扫描速度为 2(°)/min,扫描范围为 1~30°。TGA 测试条件为 N<sub>2</sub> 气氛,升温速率为 10 °C/min。

## 1.5 体外药物释放实验

分别将不同载药量的 200 mg 样品置于透析袋中,并用 2 mL 释放介质稀释,置于 100 mL 50%乙醇水溶液中。将该药物释放系统置于 37 °C 恒温水浴摇床中,转速 100 r/min,间隔不同时间取样,同时补加等量等温的新鲜释放介质<sup>[19]</sup>。将所取样液用紫外分光光度计测定吸光度,推算出药物累积释放量。

# 2 结果与讨论

## 2.1 辣椒素的紫外光谱分析

图 1 为辣椒素在三氯甲烷中的紫外吸收光谱。辣椒素在 200~400 nm 范围内有 2 个吸收峰,分别位于 241 nm 和 281 nm 处,由于 281 nm 处有最大吸收峰,且比较稳定,故选择 281 nm 作为测定波长测试辣椒素吸光度<sup>[20]</sup>。

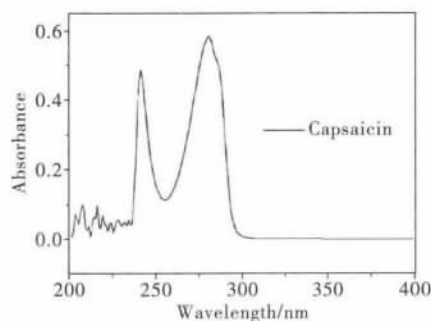


图 1 辣椒素在氯仿中的紫外吸收图

Fig. 1 UV absorption spectra of capsaicin in chloroform

图 2 是以质量浓度(μg/mL)为横坐标,吸光度为纵坐标的标准曲线,将数据进行回归分析得到方程:

$$Y = 0.01X + 0.003, r = 0.999$$

辣椒素质量浓度在 5~70 μg/mL 范围内与吸光度呈良

液 pH 值;再加入一定量的辣椒素,在 40 °C 下搅拌 4 h;以 5000 r/min 离心 10 min,收集上清液,并用 0.45 μm 的微孔滤膜过滤。

将离心后得到的沉淀物在真空干燥箱中干燥,然后研磨成粉末待测。

## 1.3 辣椒素/有机蒙脱土复合物载药量的测定

称取一定量的辣椒素,以三氯甲烷为溶剂,分别配制质量浓度为 10 μg/mL、20 μg/mL、30 μg/mL、40 μg/mL、50 μg/mL、60 μg/mL 和 70 μg/mL 的辣椒素溶液。以三氯甲烷为空白溶液,200~400 nm 波长扫描,并记录紫外吸收图谱。确定最大吸收波长后,绘制辣椒素的标准曲线。辣椒素/有机蒙脱土的载药量计算公式为:

好的线性关系,可用来检测辣椒素的含量。

## 2.2 辣椒素/有机蒙脱土复合物载药量及辣椒素的载药率

表 1 为辣椒素/有机蒙脱土复合物的载药量及辣椒素的载药率数据。由表 1 可以看出,随着初始药物质量浓度增加,复合物载药量呈逐渐增加的变化趋势,而辣椒素的载药率逐渐降低。

表 1 辣椒素/有机蒙脱土复合物的载药量及辣椒素的载药率  
Table 1 Drug loaded amount of capsaicin/OMMT composite and drug-loading rate of capsaicin

样品编号	初始药物质量浓度 mg/mL	载药量/wt%	载药率/%
1	12.5	14.4	40.4
2	25.0	22.2	34.4
3	50.0	33.7	30.5

注:载药率指载入辣椒素的质量(mg)占辣椒素总投入量(mg)的百分比

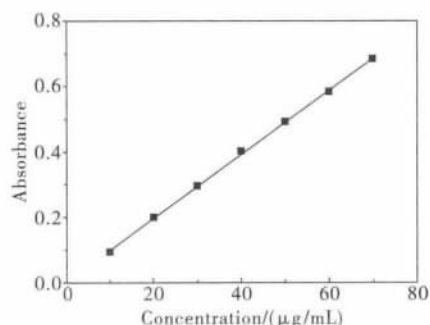


图 2 辣椒素的标准曲线

Fig. 2 The calibration curve of capsaicin

## 2.3 FTIR 结构表征

图 3 为辣椒素、有机蒙脱土及辣椒素/有机蒙脱土复合物(载药量 33.7%,质量分数)的红外光谱图。有机蒙脱土的红外谱图中,917 cm<sup>-1</sup>处为 Al-OH 的弯曲振动峰,1040 cm<sup>-1</sup>处为 Si-O 键的伸缩振动峰,2921 cm<sup>-1</sup>与 2854 cm<sup>-1</sup>处的甲基、亚甲基是有机蒙脱土的特征峰,3627 cm<sup>-1</sup>处为有机蒙脱

土的 Al-OH 的伸缩振动峰。辣椒素的红外谱图中, 1645  $\text{cm}^{-1}$  处是辣椒素的酰胺基的特征峰, 1521  $\text{cm}^{-1}$  处是仲胺基的特征峰, 辣椒素在 3307  $\text{cm}^{-1}$  处形成分子内氢键<sup>[21]</sup>。辣椒素/有机蒙脱土复合物的红外谱图中, 有机蒙脱土和辣椒素的各个特征峰均存在, 其中, 有机蒙脱土的羟基特征峰及辣椒素的胺基特征峰向低波数移动, 表明有机蒙脱土羟基与辣椒素胺基之间可能存在氢键相互作用。

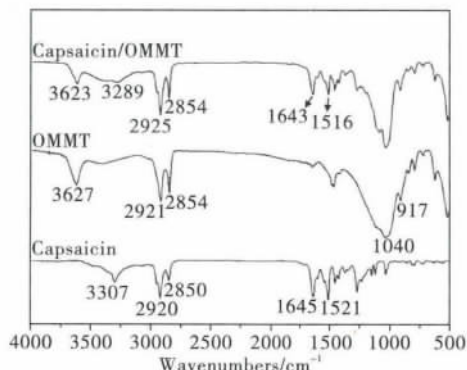


图 3 辣椒素、有机蒙脱土及辣椒素/有机蒙脱土复合物的红外光谱

Fig. 3 FTIR spectra of capsaicin, OMMT and capsaicin/OMMT composite

### 2.4 XRD 结构表征

有机蒙脱土、辣椒素及辣椒素/有机蒙脱土复合物的 XRD 谱图如图 4 所示。

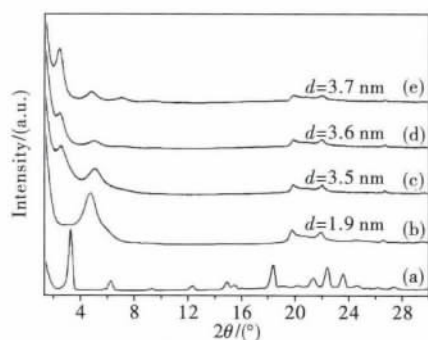


图 4 辣椒素 (a)、有机蒙脱土 (b)、辣椒素/有机蒙脱土 (载药量 14.4wt%) (c)、辣椒素/有机蒙脱土 (载药量 22.2wt%) (d)、辣椒素/有机蒙脱土 (载药量 33.7wt%) (e) 的 XRD 图

纯辣椒素是一种结晶化合物, 图 4(a) 为其结晶的特征 XRD 谱。未复合辣椒素的有机蒙脱土在  $2\theta$  为  $4.6^\circ$  处有一较尖锐的衍射峰, 对应于有机蒙脱土的层间距为 1.9 nm。辣椒素/有机蒙脱土复合物中辣椒素结晶的特征峰消失, 且复合物的特征衍射峰与未复合辣椒素的有机蒙脱土相比明显移至小角度, 其有机蒙脱土的衍射峰强度相对变得很弱, 说明辣椒素插层进入到有机蒙脱土层间后不是以结晶形式存在

于其中。插层后的辣椒素/有机蒙脱土随着载药量的增加, 其衍射峰的位置逐渐向小角度移动, 当载药量为 33.7% (质量分数) 时, 复合物特征衍射峰的  $2\theta$  变为  $2.3^\circ$ , 蒙脱土层间距由 1.9 nm 增加到 3.7 nm。

通过分子模拟得出, 辣椒素的分子链长度为 1.8 nm, 链宽为 0.4 nm, 辣椒素的分子模型如图 5 所示。根据上述蒙脱土载药后层间距的变化, 推测药物分子在复合物层间倾斜排列, 以载药量 33.7% (质量分数) 的辣椒素/有机蒙脱土复合物为例, 图 6 给出了其辣椒素及辣椒素/有机蒙脱土复合物的分子模型示意图。

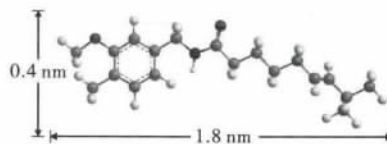


图 5 辣椒素的三维分子结构图

Fig. 5 Three-dimensional molecular structure of capsaicin

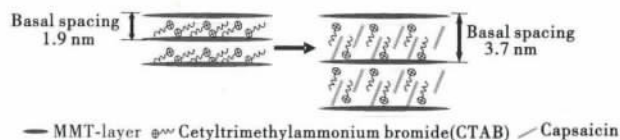


图 6 辣椒素插层到有机蒙脱土层间的分子模型示意图

Fig. 6 Illustration of capsaicin intercalation into OMMT

### 2.5 热重分析

辣椒素、有机蒙脱土、辣椒素/有机蒙脱土复合物的 TGA 曲线如图 7 所示。

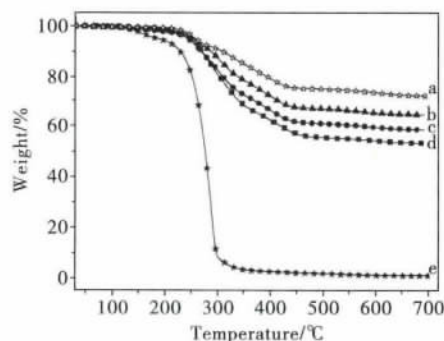


图 7 有机蒙脱土 (a)、辣椒素/有机蒙脱土 (载药量 14.4wt%) (b)、辣椒素/有机蒙脱土 (载药量 22.2wt%) (c)、辣椒素/有机蒙脱土 (载药量 33.7wt%) (d)、辣椒素 (e) 的 TGA 测试曲线

Fig. 7 TGA curves of OMMT (a), CAP/OMMT (drug loaded amount: 14.4wt%) (b), CAP/OMMT (drug loaded amount: 22.2wt%) (c), CAP/OMMT (drug loaded amount: 33.7wt%) (d), capsaicin (e)

表 2 为 TGA 数据, 纯辣椒素热失重的 onset 温度和失重 5% 时的温度分别为 180  $^\circ\text{C}$  和 185  $^\circ\text{C}$ , 载药量 14.4%、22.2%、33.7% 的辣椒素/有机蒙脱土复合物失重 5% 时的温度分别为 251  $^\circ\text{C}$ 、243  $^\circ\text{C}$  和 247  $^\circ\text{C}$ 。载药复合物的起始热分解温度在 240  $^\circ\text{C}$  左右。这说明插层载药复合物显著提高了辣椒素

的热稳定性。样品的最终残余量比较也说明了同样的趋势。辣椒素插层到蒙脱土层间后,有机蒙脱土片层能够对辣椒素起到一定的保护作用,提高了辣椒素的热稳定性,从而为辣椒素作为抗菌塑料添加剂提供了有利的条件。

表 2 辣椒素/有机蒙脱土的 TGA 数据分析  
Table 2 TGA data analysis of capsaicin/OMMT

Sample	T(onset) °C	T(weight loss 5%)/°C	Residues %
OMMT	232	257	72.3
Capsaicin	180	185	1.1
CAP/OMMT (14.4wt%)	245	251	64.8
CAP/OMMT (22.2wt%)	240	243	58.9
CAP/OMMT (33.7wt%)	240	247	53.5

## 2.6 体外释放实验分析

图 8 为不同载药量的辣椒素/有机蒙脱土复合物在 37 °C 下 72 h 内的药物累计释放曲线。

由图 8 可以看出,随着时间的延长,药物累计释放量逐渐增加,复合物体系对辣椒素具有明显的缓释效果,并且复合物的载药量越高,辣椒素的累计释放量越多。体外释药初期(1~20 h),辣椒素/有机蒙脱土的药物释放速率接近恒速,复合物载药量越高,初期释放速率越大,药物累计释放量越多;20 h 以后,药物释放速率逐渐减小,累计释放量仍缓慢增加,至释放 48 h 时,辣椒素累计释放量趋于恒定。14.4%、22.2%和 33.7%(质量分数)载药量的辣椒素/有机蒙脱土复合物的药物累计释放量 3 次测量平均值分别为 64.3%、82.8%和 89.6%。

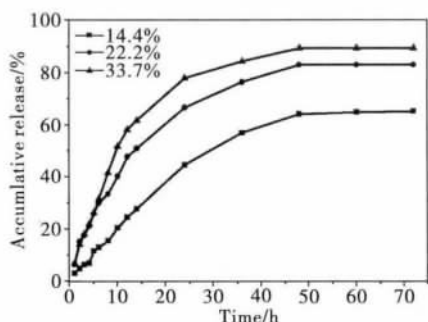


图 8 37 °C 下不同载药量的辣椒素/有机蒙脱土复合物的药物释放

Fig. 8 Release profiles of drug from CAP/OMMT composites with different drug loaded amounts at 37 °C

## 3 结论

采用溶液插层成功制备了载药量分别为 14.4%、22.2%、33.7%(质量分数)的辣椒素/有机蒙脱土复合物。FTIR 测试说明,辣椒素与有机蒙脱土发生了相互作用;由 XRD 图谱可以看出,载药后的蒙脱土层间距增加到 3.7 nm,辣椒素插层进入有机蒙脱土层间。同时,辣椒素在复合物中的热分解温度升高到 240 °C,有利于提高该复合物作为抗菌塑料添加剂时的热加工稳定性。

体外释放实验表明,辣椒素/有机蒙脱土复合物的药物缓释时间为 48 h,有机蒙脱土对辣椒素具有明显的缓释作用。该载药复合物可以减少给药次数,降低不良反应,有望作为一种长效抗菌塑料添加剂使用。

## 参考文献

- Zabaleta A, Gonzalez I, Eguiazabal J I, et al. Structure, thermal stability, and mechanical properties of nanocomposites based on an amorphous polyamide[J]. *Polym Eng Sci*, 2011,51(7):1428
- Anirudhan T S, Ramachandran M. Adsorptive removal of tannin from aqueous solutions by cationic surfactant-modified bentonite clay[J]. *J Colloid Interf Sci*, 2006, 299(1): 116
- Bhaves D Kevadiya, Ghanshyam V Joshi, Hari C Bajaj. Layered bionanocomposites as carrier for procainamide[J]. *Int J Pharm*, 2010,388(2):280
- Li Zhaohui, Po-Hsiang Chang, Jiin-Shuh Jean, et al. Mechanism of chlorpheniramine adsorption on Ca-montmorillonite [J]. *Colloids Surf A: Physicochem Eng Aspects*, 2011, 385(1-3):213
- 成国祥, 邢福保, 杨丙兴, 等. 辣素类化合物的微囊微球及其制备方法: 中国, CN1439453A[P]. 2003-09-03
- Aguzzia C, Cerezo P, Viseras C, et al. Use of clays as drug delivery systems: Possibilities and limitations[J]. *Appl Clay Sci*, 2007,36(1-3):22
- Xu S W, Zheng J P, Tong L, et al. Interaction of functional groups of gelatin and montmorillonite in nanocomposite[J]. *Appl Polym Sci*, 2006, 101(3): 1556
- Lin F H, Lee Y H, Jian C H, et al. A study of purified montmorillonite intercalated with 5-fluorouracil as drug carrier [J]. *Biomaterials*, 2002,23(9):1981
- 路新卫, 杨建华, 韦莉萍. 硫酸阿米卡星-有机蒙脱土抗菌复合物的制备及性能[J]. *时珍国医国药*, 2009, 20(5): 1201
- Hua Shuibo, Yang Huixia, Wang Wenbo, et al. Controlled release of ofloxacin from chitosan-montmorillonite hydrogel [J]. *Appl Clay Sci*, 2010,50(1):112
- Wang Yunbin, Yang Jintao, Fei Zhengdong, et al. Preparation and antibacterial performance of zinc pyrithione/montmorillonite[J]. *J Inorg Mater*, 2010, 25(5): 512
- 王云斌, 杨晋涛, 费正东, 等. 吡啶硫酮锌/蒙脱土的制备及其抗菌性能研究[J]. *无机材料学报*, 2010, 25(5): 512
- Zheng J P, Luan L, Wang H Y, et al. Study on ibuprofen/montmorillonite intercalation composites as drug release system[J]. *Appl Clay Sci*, 2007,36(4):297
- Jiang-Jen Lin, Jiun-Chiou Wei, Tzong-Yuan Juang, et al. Preparation protein-silicate hybrids from polyamine intercalation of layered montmorillonite [J]. *Langmuir*, 2007, 23(4):1995
- Xi Lifei. Study on preparation and in vitro release experiments of drugs/montmorillonite sustained-release systems [D]. Tianjin: Tianjin University, 2004

- 奚利飞. 药物/蒙脱土缓释体系的制备和体外释放的研究[D]. 天津: 天津大学, 2004
- 15 Joshi G V, Kevadiya B D, Patel H A, et al. Montmorillonite as a drug delivery system: Intercalation and in vitro release of timololmaleate[J]. *Int J Pharm*, 2009, 374(1): 53
- 16 Po-Hsiang Chang, Zhaohui Li, Wei-Teh Jiang, et al. Adsorption and intercalation of tetracycline by swelling clay minerals[J]. *Appl Clay Sci*, 2009, 46(1): 27
- 17 Zhang Juan. preliminary study on preparation and pharmaceutical features of capsaicin-loaded PLGA microspheres[D]. Shijiazhuang: Hebei Medical University, 2010  
张娟. 辣椒碱微球的制备及其特性考察[D]. 石家庄: 河北医科大学, 2010
- 18 Shang Hongmei, Li Yinqian, Cao Xinyu, et al. Preparation of capsaicin/SiO<sub>2</sub> microspheres and optimization of its encapsulation efficiency[J]. *J Northwest A & F University*, 2012, 40(9): 3  
尚红梅, 李引乾, 曹新宇, 等. 辣椒素/SiO<sub>2</sub> 微球的制备[J]. *西北农林科技大学学报*, 2012, 40(9): 3
- 19 Zhang Aijun, Feng Xin, Ma Xiaoya, et al. Preparation of capsaicin liposome gel and determination of drug release[J]. *Northwest Pharm J*, 2011, 26(4): 279  
张爱军, 封新, 马小亚, 等. 辣椒素脂质体凝胶剂的制备与释放度的测定[J]. *西北药学杂志*, 2011, 26(4): 279
- 20 Wu Yanyang, Chen Kaixun, Shao Jisheng, et al. The preparation technologies and analysis methods of capsaicinoids[J]. *Chem World*, 2004(4): 218  
吴艳阳, 陈开勋, 邵纪生, 等. 辣椒素的制备工艺及分析方法[J]. *化学世界*, 2004(4): 218
- 21 Xing Fubao. Study on the microcapsules and nanocapsules of gelatin-acacia-tannin containing capsaicin[D]. Tianjin: Tianjin University, 2003
- 邢福保. 辣椒素/明胶-阿拉伯胶-单宁微囊和纳囊的研究[D]. 天津: 天津大学, 2003
- 22 Shang Hongmei, Li Yinqian, Cao Xinyu, et al. Research and application of drug-loaded SiO<sub>2</sub> microspheres[J]. *Mater Rev*, 2012, 26(S19): 250  
尚红梅, 李引乾, 曹新宇, 等. SiO<sub>2</sub> 载药微球的研究及应用[J]. *材料导报*, 2012, 26(专辑 19): 250
- 23 Alexandros K Nikolaidis, Dimitris S Achilias, George P Karayannidis. Effect of the type of organic modifier on the polymerization kinetics and the properties of poly(methyl methacrylate)/organomodified montmorillonite nanocomposites[J]. *Eur Polym J*, 2012, 48(2): 240
- 24 Alexandre M, Dubois P. Polymer-layered silicate nanocomposites: Preparation, properties and uses of a new class of materials[J]. *Mater Sci Eng R: Reports*, 2000, 28(1-2): 1
- 25 Du Weina. The application effectiveness of man-made capsaicin with high purity in anti-fouling coatings[J]. *Shanghai Coat*, 2009, 47(8): 1  
杜伟娜. 高纯度人工合成辣椒素在防污涂料中的应用效果的研究[J]. *上海涂料*, 2009, 47(8): 1
- 26 Zhao Hui, Sun Kang, Wu Renjie. Influence of clay gallery on the mechanical and thermal properties of clay-epoxy intercalated composite[J]. *J Funct Polym*, 2002, 15(3): 251  
赵辉, 孙康, 吴人杰. 粘土层间距对粘土/环氧树脂插层复合材料热机械性能的影响[J]. *功能高分子学报*, 2002, 15(3): 251
- 27 Zhang Lin, Chen Jienan, Liu Jin, et al. Organic modification and characterization of Na-montmorillonite[J]. *Acta Mater Compos Sinica*, 2009, 26(5): 93  
张林, 陈介南, 刘进, 等. 钠基蒙脱土的有机改性及其表征[J]. *复合材料导报*, 2009, 26(5): 93

(责任编辑 杨 霞)

(上接第 34 页)

- 王平, 吴思华, 李之锋, 等. 钛酸锶钡基高压陶瓷电容器材料的研究[J]. *硅酸盐通报*, 2009, 28(2): 336
- 5 Hilton A D, Rieketts B W. Dielectric properties of Ba<sub>1-x</sub>-Sr<sub>x</sub>TiO<sub>3</sub> ceramics[J]. *J Phys: Appl Phys*, 1996, 29(5): 1321
- 6 Ezhilvalavan S, Tseng T Y. Progress in the developments of (Ba, Sr) TiO<sub>3</sub> (BST) thin films for gigabiter DRAMs[J]. *Mater Chem Phys*, 2000, 65(3): 227
- 7 Zhang Lei, Liang Hui, Xu Ting. Doping modification and application of Ba<sub>1-x</sub>Sr<sub>x</sub>TiO<sub>3</sub> dielectrics[J]. *J Chinese Ceram Soc*, 2002, 30(6): 785  
张磊, 梁辉, 徐廷. 钛酸锶钡电介质的掺杂改性及其应用[J]. *硅酸盐通报*, 2002, 30(6): 785
- 8 Hou Junbo, Zhang Zaoli, et al. Electrical properties and structure of grain boundaries in-conducting BaTiO<sub>3</sub> ceramics [J]. *J Eur Ceram Soc*, 2011, 31(5): 763
- 9 Wang Ningzhang, Ma Yutian. Effects of vacuum sintering on properties of SrTiO<sub>3</sub> ceramics[J]. *Mater Rev: Res*, 2010, 24(5): 7  
王宁章, 马玉田. 真空烧结对 SrTiO<sub>3</sub> 功能陶瓷性能的影响[J]. *材料导报: 研究篇*, 2010, 24(5): 7
- 10 Fu Chunlin, Yang Chuanren, Chen Hongwei, et al. Latest progress of barium strontium titanate film: Stoichiometries, structures and properties[J]. *Vac Sci Techn*, 2003, 23(4): 255  
符春林, 杨传仁, 陈宏伟, 等. 钛酸锶钡(BST)薄膜的组成、结构与性能的研究进展[J]. *真空科学与技术*, 2003, 23(4): 255
- 11 Zhang Chen, Qu Yuanfang, Shan Dan. Effects of CeO<sub>2</sub> dopants on properties of BaTiO<sub>3</sub> based capacitor ceramics[J]. *Piezoelectr Acoustoopt*, 2007, 29(1): 77  
张晨, 曲远方, 单丹. CeO<sub>2</sub> 掺杂对 BaTiO<sub>3</sub> 基陶瓷电介质的影响[J]. *压电与声光*, 2007, 29(1): 77
- 12 Chung Sung-Yoon, Lee Byoung-Ki, Kang Suk-Joong L. Core-shell structure in Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-doped SrTiO<sub>3</sub> by oxygen partial pressure change[J]. *J Am Ceram Soc*, 1998, 81(11): 3016  
张林, 陈介南, 刘进, 等. 钠基蒙脱土的有机改性及其表征[J]. *复合材料导报*, 2009, 26(5): 93

(责任编辑 房 威)