



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115928183 A

(43) 申请公布日 2023.04.07

(21) 申请号 202211467503.0

(22) 申请日 2022.11.22

(71) 申请人 中国科学院地球化学研究所  
地址 550081 贵州省贵阳市观山湖区林城西路99号

(72) 发明人 代立东 胡海英

(74) 专利代理机构 贵阳中新专利商标事务所  
52100  
专利代理师 商小川

(51) Int. Cl.

C30B 1/10 (2006.01)

C30B 1/02 (2006.01)

C30B 1/12 (2006.01)

C30B 29/26 (2006.01)

C30B 29/66 (2006.01)

权利要求书2页 说明书10页

(54) 发明名称

一种高温高压下钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种高温高压下钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的制备方法,包括:以固态的碱式碳酸锌粉末、固态的异丙醇铝粉末、固态的草酸粉末、固态的乙酰丙酮合钴晶体和液态的稀硝酸作为起始原料制备出锌尖晶石粉末样品混合物;将锌尖晶石粉末样品混合物冷压成样品圆片,将样品圆片垂直叠加在一起放置在石墨坩埚中通过高温氧气气氛炉煅烧,淬火后得到玻璃态锌尖晶石样品粉末;将玻璃态锌尖晶石样品粉末冷压成圆柱体样品,圆柱体样品通过石墨密封后放入高温高压设备进行高温高压反应,最后得到钴掺杂的无水锌尖晶石单晶;突破了现有锌尖晶石单晶合成的技术瓶颈。

1. 一种高温高压下钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的制备方法,其特征在于:所述方法包括:以固态的碱式碳酸锌粉末、固态的异丙醇铝粉末、固态的草酸粉末、固态的乙酰丙酮合钴晶体和液态的稀硝酸作为起始原料制备出锌尖晶石粉末样品混合物;将锌尖晶石粉末样品混合物冷压成样品圆片,将样品圆片垂直叠加在一起放置在石墨坩埚中通过高温氧气氛炉煅烧,淬火后得到玻璃态锌尖晶石样品粉末;将玻璃态锌尖晶石样品粉末冷压成圆柱体样品,圆柱体样品通过石墨密封后放入高温高压设备进行高温高压反应,最后得到钴掺杂的无水锌尖晶石单晶。

2. 根据权利要求1所述的一种高温高压下钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的制备方法,其特征在于:固态的碱式碳酸锌粉末纯度>99.99%、固态的异丙醇铝粉末纯度>99.99%、固态的草酸粉末纯度>99.99%、固态的乙酰丙酮合钴晶体纯度>99.99%和液态的稀硝酸浓度为10%。

3. 根据权利要求1所述的一种高温高压下钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的制备方法,其特征在于:锌尖晶石粉末样品混合物的制备方法包括:

步骤1、称量出浓度为10%的稀硝酸60毫升放置在500毫升的缺口烧杯中;

步骤2、称量出5.0克碱式碳酸锌粉末加入缺口烧杯中,缺口烧杯中放入磁力搅拌转子;

步骤3、用玻璃表面皿将缺口烧杯口盖上;

步骤4、按照锌尖晶石  $(\text{Zn}, \text{Co})\text{Al}_2\text{O}_4$  化学计量比,称量出17.9079克固态异丙醇铝粉末和80毫克固态乙酰丙酮合钴晶体,分别加入含碱式碳酸锌的稀硝酸溶液中;

步骤5、用玻璃表面皿将缺口烧杯口盖上;

步骤6、将缺口烧杯放置在通风橱内的高温磁力搅拌热盘上,在常温下以800转/分钟转速搅拌48小时;

步骤7、称量出2克固态草酸粉末放入缺口烧杯中;

步骤8、盖上玻璃表面皿后,在高温磁力搅拌热盘的参数为80℃、1000转/分钟转速下搅拌36小时;

步骤9、移除烧杯的玻璃表面皿,将高温磁力搅拌热盘温度调高至110℃,直至整个缺口烧杯内的混合溶液全部蒸干;

步骤10、将缺口烧杯内的混合粉末全部取出,放在石墨坩埚中;

步骤11、将装有混合物粉末的石墨坩埚放入马弗炉,以300℃/小时的升温速率升高温度至1100℃,恒温5小时;

步骤12、以200℃/小时的降温速率,将马弗炉内的混合物粉末降至室温后,取出混合物样品粉末;

步骤13、将样品粉末置于刚玉研钵中研磨1小时获得锌尖晶石粉末样品混合物。

4. 根据权利要求1所述的一种高温高压下钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的制备方法,其特征在于:将锌尖晶石粉末样品混合物冷压成样品圆片的方法包括:

步骤14、将锌尖晶石粉末样品混合物用不锈钢压片机的碳化钨磨具冷压成 $\Phi 10.0\text{mm} \times 3.0\text{mm}$ 的样品圆片。

5. 根据权利要求1所述的一种高温高压下钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的制备方法,其特征在于:将样品圆片垂直叠加在一起放置在石墨坩埚中通过高温氧气氛炉煅烧,淬火后得到玻璃态锌尖晶石样品粉末的方法包括:

步骤15、将3片样品圆片垂直叠加放入石墨坩埚壁内,将石墨坩埚悬挂在高温氧气氛炉的正中间;连接石墨坩埚的铂铑金属丝两端固定在竖直的四孔氧化铝管上,四孔氧化铝管上端固定在随时能放入或拉出炉体的圆盖子的正中间;

步骤16、在高温氧气氛炉侧面放置一个盛有二次去离子纯净冷水的不锈钢容器;

步骤17、在高温氧气氛炉的炉体最顶端与氩气惰性气体钢瓶、比例可调的一氧化碳和二氧化碳钢瓶相互连通;

步骤18、打开氩气惰性气体阀门持续充气30分钟;在氩气惰性气体保护下以400℃/小时的升温速率将高温氧气氛炉升温至800℃;

步骤19、待炉体内温度到达800℃后,切换一氧化碳气体和二氧化碳气体控制阀门使通过样品氧气氛炉内的一氧化碳和二氧化碳的体积比达到4:1;

步骤20、再以200℃/小时的升温速率将炉体内样品仓的温度升高至1400℃,恒温焙烧15分钟;

步骤21、将装有样品的石墨坩埚、四孔氧化铝管和炉体上圆盖一起拉出炉体,直接浸没在二次去离子纯净水中淬火成玻璃态锌尖晶石;

步骤22、将淬火后的玻璃态锌尖晶石从石墨坩埚中取出,放入刚玉研钵中进行研磨成粉末,将玻璃态锌尖晶石粉末放置在200℃条件下的真空干燥箱,干燥12小时,得到玻璃态锌尖晶石样品粉末。

6. 根据权利要求1所述的一种高温高压下钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的制备方法,其特征在于:将玻璃态锌尖晶石样品粉末冷压成圆柱体样品,圆柱体样品通过石墨密封后放入高温高压设备进行高温高压反应,最后得到钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的方法包括:

步骤23、在冷等静压机上将玻璃态锌尖晶石粉末,用 $\Phi 4.0\text{mm}$ 直径 $\times 10.0\text{mm}$ 的碳化钨磨具进行冷压成型,得到 $\Phi 4.0\text{mm} \times 4.0\text{mm}$ 的圆柱体样品;

步骤24、将圆柱体样品密封在 $\Phi 4.0\text{mm}$ 内径 $\times 4.4\text{mm}$ 和壁厚为0.2mm的石墨管内,石墨管的上和下两端用石墨片封堵;

步骤25、将封堵后的石墨管放在实验室Kawai-1000t典型的6-8型多面顶大腔体高温高压设备上,设定升压速率和升温速率分别为0.5GPa/小时和10℃/分钟,将压力和温度分别升至3.0GPa和1050℃条件下,进行热压烧结,反应时间为恒温恒压72小时;

步骤26、恒温恒压72小时后,以3℃/分钟的降温速率将样品腔体内的温度从1050℃降低至800℃,恒温1小时;再以5℃/分钟的降温速率,将样品腔体内的温度从800℃降低至室温;

步骤27、待样品腔体内的温度降低至室温后,以0.5GPa/小时降压速率,将样品腔体内的压力从3.0GPa降低至常压;

步骤28、高温高压反应完成后,将石墨管从Kawai-1000t典型的6-8型多面顶大腔体高温高压设备取出;除包裹样品的石墨管,得到钴掺杂的无水锌尖晶石单晶。

7. 根据权利要求1所述的一种高温高压下钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的制备方法,其特征在于:高温高压反应时,温度采用两组耐高温的钨铼热电偶来进行标定,每一组钨铼热电偶是由两种材质不同的钨铼合金组成的,化学组成为 $\text{W}_{95\%}\text{Re}_{5\%}$ 和 $\text{W}_{74\%}\text{Re}_{26\%}$ ;每一组钨铼热电偶对称安放在石墨管样品腔的上下两端。

## 一种高温高压下钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于矿物单晶样品合成的技术领域,尤其涉及一种高温高压下钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的制备方法。

### 背景技术

[0002] 作为尖晶石族矿物的尖晶石亚族的重要端元组分-锌尖晶石,其化学成分分子式为 $ZnAl_2O_4$ ,是富含锌的和富含铝的重要氧化物矿物。锌尖晶石矿物学氧化物化学组成百分比可表示为: $ZnO/(ZnO+Al_2O_3)=44.4\%$ 和 $Al_2O_3/(ZnO+Al_2O_3)=55.6\%$ 。通常,锌尖晶石是自然界中较为典型的正尖晶石型氧化物矿物,对应的单位晶胞中,具有反尖晶石型结构的锌尖晶石所处的立方最紧密堆积占比仅为 $\sim 0.03$ ,表现出明显的正尖晶石型物理特性。在自然界中,已发现的锌尖晶石晶体,颜色为淡到暗的蓝色和绿色或者深蓝绿至灰绿色,断口呈现贝壳状、无明显的解理、灰色的条痕,但具有一定的玻璃光泽,常呈现出八面体或者菱形十二面体晶型出露。在材料科学研究领域,锌尖晶石晶体还是一种重要的阴极发光半导体材料,带隙能较宽,可达到3.9电子伏特;紫外光区域的吸收光波长范围较长,波长可达320纳米,因此在紫外光器件和半导体新材料研发领域,具有极为广阔的应用前景。已查明的野外区域地质资料研究证实,在巴西、葡萄牙、尼日利亚、斯里兰卡等地,产出了与蓝宝石颜色相近的锌尖晶石矿物晶体,而且这些锌尖晶石晶体大多产自中酸性-中基性侵入岩类与碳酸盐类岩石的接触带上的矽卡岩矿床中。

[0003] 在锌尖晶石晶体结构中,过渡族金属元素钴是很容易占据四面体位置,进而形成A位二价阳离子的类质同象替换。由于在锌尖晶石中,取代的锌元素与掺杂的钴元素,具有相同的正二价化合价,因此该类质同象替换属于等价类质同象替换。钴元素(Co),位于元素周期表的第4周期和第VIII族,原子序数为27,其最外层电子排布为 $3d^74s^2$ ,是一种银白色铁磁性金属,其常见的化合物价态包括:-1、0、+1、+2(主要)、+3(主要)、+4和+5。在地壳中,钴元素的平均质量百分含量仅为0.001%;而在海洋中,钴元素含量的总量大约有23亿吨。在自然界中,含钴元素的矿物达到上百种之多,但迄今为止,地质学家尚未发现可单独成矿的钴矿物存在。通常,在含钴的金属硫化物矿床中,钴元素与锌元素、铜元素、镍元素、铅元素、铁元素、银元素、锰元素等众多金属元素伴生。由于钴元素在新能源汽车锂离子电池、航空发动机、高温硬质合金、陶瓷冶金、颜料催化、淬火材料、钴基磁性材料等众多国家高新技术产业的广泛应用,钴矿产已被全世界公认的重要关键矿产资源。此外,钴元素亦是人体所需的微量元素之一,研究者才从肝浓缩物中分离出一种红色晶体,其分子中含 $\sim 4.5\%$ 的钴元素,又称之为钴胺素,即维生素B12。一般而言,地质学家根据钴矿石的工业品位、矿体采矿厚度、元素富集状态等,将钴关键矿产资源分为单独钴矿床和分散钴矿床。单独钴矿床又进一步分为砷化钴矿床、硫化钴矿床和钴土矿矿床三类,而分散钴矿床指大量钴元素分散在矽卡岩型铁矿、热液多金属矿、钒钛磁铁矿、沉积型钴锰矿、硫化铜镍矿、硅酸镍矿等矿床的矿石中。尽管这些分散钴矿床中的过渡族金属钴元素工业品位并不高,但通常含钴矿产资源的矿体规模较大,是工业化提取钴元素战略性关键矿产的重要来源。

[0004] 作为一种典型的名义无水矿物, 锌尖晶石分子结构中并不含有水分子或者羟基, 是地球深部中下地壳和上地幔区域较为普遍存在的氧化物族高压矿物。已有的实验室高温高压实验模拟和理论计算的矿物物理学模拟结果, 表明在深度从410km到660km, 对应的压力和温度: 16.0-23.0GPa和1450-1800°C的地幔转换带区域广泛存在的电学性质和弹性波传播速度的异常现象, 是尖晶石与后尖晶石发生矿物相转变所导致的。纵观国内外实验室材料科学领域采用的人工合成锌尖晶石, 主要采用方法包括: 微乳液法、高温固态烧结法、高压水热合成法、无机盐溶胶-凝胶法、氨水化学共沉淀法等。由于现有的这些合成技术, 大多均采用简单的溶液化学反应或直接的样品粉体的颗粒物理研磨, 再进行高温烧结, 对于制备纳米粒度的锌尖晶石晶体较为适用。由于高温高压实验地球科学领域研究中, 通常需要微米级粒度或者更大的颗粒的单晶矿物实验样品, 显而易见以往材料合成获得的纳米级锌尖晶石样品, 未能达到样品最小粒度尺寸要求, 迄今为止尚无一个有效的合成方法。以往更多的地球科学研究者, 亦通常采用天然锌尖晶石样品取代人工合成样品, 去完成高温高压实验地球科学研究的需求, 然而这些天然样品存在明显的微量元素钴分布不均一性的弊端。因此, 有效地合成出一种大颗粒的钴掺杂的无水锌尖晶石单晶且满足各式高温高压实验室模拟的地球科学研究需求, 尤其是高压下锌尖晶石单晶矿物晶格优选方位和晶轴各向异性研究, 变得尤为迫切。

### 发明内容

[0005] 本发明要解决的技术问题是: 提供一种高温高压下钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的制备方法, 以解决高温高压条件下钴掺杂的无水锌尖晶石大颗粒单晶的制备技术空白, 以获取大颗粒的钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的实验样品等技术问题。

[0006] 本发明的技术方案是:

[0007] 一种高温高压下钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的制备方法, 所述方法包括: 以固态的碱式碳酸锌粉末、固态的异丙醇铝粉末、固态的草酸粉末、固态的乙酰丙酮合钴结晶体和液态的稀硝酸作为起始原料制备出锌尖晶石粉末样品混合物; 将锌尖晶石粉末样品混合物冷压成样品圆片, 将样品圆片垂直叠加在一起放置在石墨坩埚中通过高温氧气氛炉煅烧, 淬火后得到玻璃态锌尖晶石样品粉末; 将玻璃态锌尖晶石样品粉末冷压成圆柱体样品, 圆柱体样品通过石墨密封后放入高温高压设备进行高温高压反应, 最后得到钴掺杂的无水锌尖晶石单晶。

[0008] 固态的碱式碳酸锌粉末纯度>99.99%、固态的异丙醇铝粉末纯度>99.99%、固态的草酸粉末纯度>99.99%、固态的乙酰丙酮合钴结晶体纯度>99.99%和液态的稀硝酸浓度为10%。

[0009] 锌尖晶石粉末样品混合物的制备方法包括:

[0010] 步骤1、称量出浓度为10%的稀硝酸60毫升放置在500毫升的缺口烧杯中;

[0011] 步骤2、称量出5.0克碱式碳酸锌粉末加入缺口烧杯中, 缺口烧杯中放入磁力搅拌转子;

[0012] 步骤3、用玻璃表面皿将缺口烧杯口盖上;

[0013] 步骤4、按照锌尖晶石( $\text{Zn, Co} \text{Al}_2\text{O}_4$ )化学计量比, 称量出17.9079克固态异丙醇铝粉末和80毫克固态乙酰丙酮合钴结晶体, 分别加入含碱式碳酸锌的稀硝酸溶液中;

- [0014] 步骤5、用玻璃表面皿将缺口烧杯口盖上；
- [0015] 步骤6、将缺口烧杯放置在通风橱内的高温磁力搅拌热盘上，在常温下以800转/分钟转速搅拌48小时；
- [0016] 步骤7、称量出2克固态草酸粉末放入缺口烧杯中；
- [0017] 步骤8、盖上玻璃表面皿后，在高温磁力搅拌热盘的参数为80℃、1000转/分钟转速下搅拌36小时；
- [0018] 步骤9、移除烧杯的玻璃表面皿，将高温磁力搅拌热盘温度调高至110℃，直至整个缺口烧杯内的混合溶液全部蒸干；
- [0019] 步骤10、将缺口烧杯内的混合粉末全部取出，放在石墨坩埚中；
- [0020] 步骤11、将装有混合物粉末的石墨坩埚放入马弗炉，以300℃/小时的升温速率升高温度至1100℃，恒温5小时；
- [0021] 步骤12、以200℃/小时的降温速率，将马弗炉内的混合物粉末降至室温后，取出混合物样品粉末；
- [0022] 步骤13、将样品粉末置于刚玉研钵中研磨1小时获得锌尖晶石粉末样品混合物。
- [0023] 将锌尖晶石粉末样品混合物冷压成样品圆片的方法包括：
- [0024] 步骤14、将锌尖晶石粉末样品混合物用不锈钢压片机的碳化钨磨具冷压成 $\Phi 10.0\text{mm} \times 3.0\text{mm}$ 的样品圆片。
- [0025] 将样品圆片垂直叠加在一起放置在石墨坩埚中通过高温氧气氛炉煅烧，淬火后得到玻璃态锌尖晶石样品粉末的方法包括：
- [0026] 步骤15、将3片样品圆片垂直叠加放入石墨坩埚壁内，将石墨坩埚悬挂在高温氧气氛炉的正中间；连接石墨坩埚的铂铑金属丝两端固定在竖直的四孔氧化铝管上，四孔氧化铝管上端固定在随时能放入或拉出炉体的圆盖子的正中间；
- [0027] 步骤16、在高温氧气氛炉侧面放置一个盛有二次去离子纯净冷水的不锈钢容器；
- [0028] 步骤17、在高温氧气氛炉的炉体最顶端与氩气惰性气体钢瓶、比例可调的一氧化碳和二氧化碳钢瓶相互连通；
- [0029] 步骤18、打开氩气惰性气体阀门持续充气30分钟；在氩气惰性气体保护下以400℃/小时的升温速率将高温氧气氛炉升温至800℃；
- [0030] 步骤19、待炉体内温度到达800℃后，切换一氧化碳气体和二氧化碳气体控制阀门使通过样品氧气氛炉内的一氧化碳和二氧化碳的体积比达到4:1；
- [0031] 步骤20、再以200℃/小时的升温速率将炉体内样品仓的温度升高至1400℃，恒温焙烧15分钟；
- [0032] 步骤21、将装有样品的石墨坩埚、四孔氧化铝管和炉体上圆盖一起拉出炉体，直接浸没在二次去离子纯净水中淬火成玻璃态锌尖晶石；
- [0033] 步骤22、将淬火后的玻璃态锌尖晶石从石墨坩埚中取出，放入刚玉研钵中进行研磨成粉末，将玻璃态锌尖晶石粉末放置在200℃条件下的真空干燥箱，干燥12小时，得到玻璃态锌尖晶石样品粉末。
- [0034] 将玻璃态锌尖晶石样品粉末冷压成圆柱体样品，圆柱体样品通过石墨密封后放入高温高压设备进行高温高压反应，最后得到钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的方法包括：
- [0035] 步骤23、在冷等静压机上将玻璃态锌尖晶石粉末，用 $\Phi 4.0\text{mm}$ 直径 $\times 10.0\text{mm}$ 的碳化

钨磨具进行冷压成型,得到 $\Phi 4.0\text{mm} \times 4.0\text{mm}$ 的圆柱体样品;

[0036] 步骤24、将圆柱体样品密封在 $\Phi 4.0\text{mm}$ 内径 $\times 4.4\text{mm}$ 和壁厚为 $0.2\text{mm}$ 的石墨管内,石墨管的上和下两端用石墨片封堵;

[0037] 步骤25、将封堵后的石墨管放在实验室Kawai-1000t典型的6-8型多面顶大腔体高温高压设备上,设定升压速率和升温速率分别为 $0.5\text{GPa/小时}$ 和 $10^\circ\text{C/分钟}$ ,将压力和温度分别升至 $3.0\text{GPa}$ 和 $1050^\circ\text{C}$ 条件下,进行热压烧结,反应时间为恒温恒压72小时;

[0038] 步骤26、恒温恒压72小时后,以 $3^\circ\text{C/分钟}$ 的降温速率将样品腔体内的温度从 $1050^\circ\text{C}$ 降低至 $800^\circ\text{C}$ ,恒温1小时;再以 $5^\circ\text{C/分钟}$ 的降温速率,将样品腔体内的温度从 $800^\circ\text{C}$ 降低至室温;

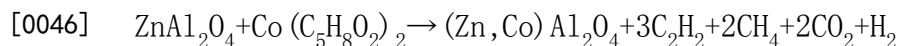
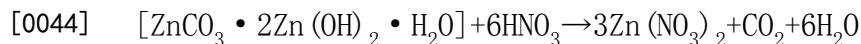
[0039] 步骤27、待样品腔体内的温度降低至室温后,以 $0.5\text{GPa/小时}$ 降压速率,将样品腔体内的压力从 $3.0\text{GPa}$ 降低至常压;

[0040] 步骤28、高温高压反应完成后,将石墨管从Kawai-1000t典型的6-8型多面顶大腔体高温高压设备取出;除包裹样品的石墨管,得到钴掺杂的无水锌尖晶石单晶。

[0041] 高温高压反应时,温度采用两组耐高温的钨铼热电偶来进行标定,每一组钨铼热电偶是由两种材质不同的钨铼合金组成的,化学组成为 $\text{W}_{95\%}\text{Re}_{5\%}$ 和 $\text{W}_{74\%}\text{Re}_{26\%}$ ;每一组钨铼热电偶对称安放在石墨管样品腔的上下两端。

[0042] 本发明的有益效果:

[0043] 本发明有机结合选矿学、矿床地质学、矿田构造地质学、经济地质学、宝石学、野外实验岩石学、微量元素地球化学、矿相学、结晶学、矿物学、分散元素地球化学、岩浆岩石学、沉积岩石学、变质岩岩石学、高压矿物物理学、晶体光学、光性矿物学、纳米地球化学等相关的地球科学学科背景,采用实验室Kawai-1000t典型的6-8型多面顶大腔体高温高压设备,在高温高压条件下模拟钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的形成过程,本发明涉及主要化学反应方程式为:



[0047] 本发明,所选的初始原料碱式碳酸锌[化学分子式: $\text{ZnCO}_3 \cdot 2\text{Zn}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,又名水锌矿]是一种白色细微的无定形固态粉末,其化学性能稳定、无臭无味,不溶于水和乙醇,易溶于稀酸和氢氧化钠,主要应用于乳胶制品、轻型收敛剂、人造丝、皮肤保护剂、脱硫剂等的制备和生产。此外,在工业制药、食品添加剂等亦有广泛的应用。选择无定形的碱式碳酸锌固态粉末,由于其性能稳定和易溶于稀酸的优越特性,因此是人工合成的锌尖晶石中提供锌元素的绝佳原料。初始原料异丙醇铝[化学分子式: $\text{C}_9\text{H}_{21}\text{AlO}_3$ ]是一种白色的和四聚物的粉末状固态物质,具有强吸湿性的物质,很强的化学反应活性,遇水很容易分解。选择异丙醇铝粉末,由于其遇稀酸溶液很容易分解和化学反应活性强的优越特性,因此是人工合成的锌尖晶石中提供铝元素的绝佳原料。初始原料乙酰丙酮合钴[化学分子式: $\text{Co}(\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2)_2$ ,又名乙酰丙酮钴(II)]是一种以四聚体存在的白色单斜晶系的结晶体。本发明,选择白色的乙酰丙酮合钴结晶体,由于其溶于稀硝酸溶液,因此是人工合成的锌尖晶石中提供微量元素钴的绝佳原料。本发明所涉及的化学反应产物中,得到的 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{CH}_4$ 、 $\text{C}_2\text{H}_2$ 、 $\text{CO}_2$ 、 $\text{CO}$ 和 $\text{H}_2$ ,均是高温易挥发物质。

[0048] 本发明需要合成钴含量较高的无水锌尖晶石大颗粒单晶,合成出的样品中含有与锌矿产资源开发和综合利用相匹配的钴掺杂的锌尖晶石单晶,并将其广泛应用于高温高压条件下矿物岩石物理化学性质的成岩成矿实验模拟研究中。相比自然界出露的天然锌尖晶石样品可能存在镁离子、锰离子、铬离子等杂质离子替代,本发明钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的制备过程中,实验室环境纯净,试样处于密封环境中,不与杂质接触,得到的钴掺杂的无水锌尖晶石单晶为纯净物,化学稳定性好,为钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的物理性质参数测量,尤其探究高压下尖晶石单晶矿物物理化学性质的晶轴各向异性和晶格优选方位研究提供了重要的实验样品保障。

[0049] 相比前人可见到的人工合成的锌尖晶石单晶,采用的微乳液法、高温固态烧结法、高压水热合成法、无机盐溶胶-凝胶法、氨水化学共沉淀法等合成方法,本发明的制备方法具有操作过程简单、反应时间短等明显优势,获得的锌尖晶石单晶具有纯度高、尺寸大、化学性能稳定等优越物理化学性能。尤为重要的是,锌尖晶石合成产物的钴含量高(6000-8000ppm wt%),而且钴含量完全可以控制。锌尖晶石单晶颗粒尺寸大,完全可以满足高温高压条件下金刚石压腔高压设备上的电导率、同步辐射X射线衍射、共聚焦拉曼光谱、真空傅里叶变换红外光谱等高温高压下单晶矿物物性和谱学实验模拟的样品需求,该方法为钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的物理性质参数测量,尤其探究在高压下单晶矿物晶格优选方位和晶轴各向异性研究提供了重要的实验样品保障,突破了现有锌尖晶石单晶合成的技术瓶颈。

### 具体实施方式

[0050] 一种高温高压下钴掺杂的无水锌尖晶石单晶的制备方法,它包括:

[0051] 本发明使用固态的白色细微的无定形碱式碳酸锌粉末(纯度:>99.99%)、固态的异丙醇铝粉末(纯度:>99.99%)、固态的草酸粉末(纯度:>99.99%)、固态的乙酰丙酮合钴结晶体(纯度:>99.99%)和液态的稀硝酸(浓度:10%),作为起始原料。

[0052] 本发明所采用初始物质中;高纯度固态的碱式碳酸锌是一种白色细微的无定形固态粉末,其化学性能稳定、无臭无味,不溶于水和乙醇,易溶于稀酸和氢氧化钠,主要应用于乳胶制品、轻型收敛剂、人造丝、皮肤保护剂、脱硫剂等的制备和生产。此外,在工业制药、食品添加剂等亦有广泛的应用。选择无定形的碱式碳酸锌固态粉末,由于其性能稳定和易溶于稀酸的优越特性,因此是人工合成的锌尖晶石中提供锌元素的绝佳原料。

[0053] 本发明所选的初始物质的高纯度固态的异丙醇铝粉末是一种白色的和四聚物的物质,具有强吸湿性的物质,很强的化学反应活性,遇水很容易分解。选择异丙醇铝粉末,由于其遇稀酸溶液很容易分解和化学反应活性强的优越特性,因此是人工合成的锌尖晶石中提供铝元素的绝佳原料。

[0054] 本发明所选的初始物质的高纯度乙酰丙酮合钴是一种以四聚体存在的白色单斜晶系的结晶体。本发明,选择白色的乙酰丙酮合钴结晶体,由于其溶于稀硝酸溶液,因此是人工合成的锌尖晶石中提供微量元素钴的绝佳原料。

[0055] 本发明所选的初始物质的高纯度固态的草酸,是一种金属物质的螯合剂,其目的在于草酸粉末对矿物质的生物有效性有极大影响,具有极强的配合作用,当草酸与正二价锌离子结合时,可极大降低其溶解能力,进而在稀硝酸溶液中形成正二价锌离子的络合物



溶胶;同时,草酸与过渡族金属阳离子钴结合时,由于其配合作用,形成可溶性过渡族金属阳离子的配合物,具有二价钴的金属阳离子在酸溶液中的溶解能力将显著增强,使其充分溶解在稀硝酸溶液中。

[0056] 本发明所选的初始物质的稀硝酸(浓度:10%),如硝酸浓度过低,因其溶解能力有限,可能导致碱式碳酸锌、异丙醇铝、乙酰丙酮合钴和草酸粉末有残留;如硝酸浓度过高,因其氧化性增强,而导致样品中的碱式碳酸锌直接发生快速氧化反应或直接分解,并产生浓烟,可能给制备带来一定的危险性。

[0057] 本发明具体步骤包括:

[0058] 步骤1、打开化学通风橱,选一支标准体积的100毫升的容量瓶,准确称量出浓度为10%的稀硝酸60毫升,将玻璃移液棒放在500毫升的缺口烧杯中,沿着移液棒将液体稀硝酸,小心全部移到烧杯中,选择缺口烧杯作为反应容器主要考虑烧杯在玻璃表面皿盖上后,亦不至于完全密封,产生的气体在通风橱中很容易挥发掉。

[0059] 步骤2、在10微克的高精度分析天平上,准确称量出5.0克高纯度的白色细微的无定形碱式碳酸锌粉末,将其小心加入10%浓度的稀硝酸溶液的缺口烧杯中,放入磁力搅拌转子。

[0060] 步骤3、用玻璃表面皿,将装有固态碱式碳酸锌粉末的稀硝酸溶液的缺口烧杯口盖上,放置在通风橱内的高温磁力搅拌热盘上,为了使初始物料固态的碱式碳酸锌粉末,充分溶解在稀硝酸溶液中,同时使其发生水解反应和酸化反应,反应条件为常温、700转/分钟转速和反应时间72小时。

[0061] 步骤4、按照锌尖晶石( $Zn,Co$ ) $Al_2O_4$ 化学计量比,在高精度的分析天平上准确称量出17.9079克高纯度的固态异丙醇铝粉末和80毫克高纯度的固态乙酰丙酮合钴结晶体,将其小心分别加入含碱式碳酸锌的稀硝酸溶液中。

[0062] 步骤5、将含有固态的碱式碳酸锌粉末、固态的异丙醇铝粉末和固态的乙酰丙酮合钴结晶体的稀硝酸溶液烧杯中,盖上玻璃表面皿,以保证反应产生的气体从烧杯缺口挥发掉,同时避免烧杯内初始物料的稀硝酸溶液在高速搅拌过程喷溅出,从而产生危险和影响锌尖晶石合成的精度。

[0063] 步骤6、将装有密封的初始的稀硝酸混合液和磁力搅拌转子的烧杯,放置在通风橱内的高温磁力搅拌热盘上,在常温、800转/分钟转速和搅拌时间48小时条件下,使初始物料固态的乙酰丙酮合钴结晶体全部溶解在稀硝酸溶液的混合液中,无任何残留,同时,使 $NH_3 \cdot H_2O$ 、 $CH_4$ 、 $C_2H_2$ 、 $CO_2$ 、 $CO$ 和 $H_2$ 等挥发物质,更容易在通风橱内挥发掉。

[0064] 步骤7、在高精度的分析天平上,准确称量出2克高纯度的固态草酸粉末,在含固态的碱式碳酸锌粉末、固态的异丙醇铝粉末和固态的乙酰丙酮合钴结晶体的稀硝酸溶液中,加入作为重要金属螯合剂的高纯度草酸粉末,其目的在于草酸粉末对矿物质的生物有效性有极大影响,具有极强的配合作用,当草酸与正二价锌离子结合时,可极大降低其溶解能力,进而在稀硝酸溶液中形成正二价锌离子的络合物溶胶;同时,草酸与过渡族金属二价阳离子钴结合时,由于其配合作用,形成可溶性过渡族金属二价阳离子钴的配合物,具有正二价钴的金属阳离子在酸溶液中的溶解能力将显著增强,使其充分溶解在稀硝酸溶液中。

[0065] 步骤8、将混合液的缺口烧杯再次放在通风橱的高温磁力搅拌热盘上,盖上玻璃表面皿,设置高温磁力搅拌热盘的条件参数为80℃、1000转/分钟转速和搅拌时间36小时,使

得所有初始试剂在稀硝酸和草酸的混合溶液共同作用下,形成均匀的溶胶。

[0066] 步骤9、移除烧杯的玻璃表面皿,将高温磁力搅拌热盘温度,调高至110℃,直至整个缺口烧杯内的混合溶液,全部蒸干。

[0067] 步骤10、取出高温磁力搅拌热盘上缺口烧杯内的磁力搅拌转子,并将其表面粘合的粉末样品全部清理到烧杯里,用药勺将缺口烧杯内的混合粉末,小心全部取出,放在石墨坩埚中。使用石墨坩埚的目的就在于组成石墨坩埚的碳,在高温煅烧过程不可避免地产生一定浓度的一氧化碳和二氧化碳,进而控制锌尖晶石石墨坩埚内的氧逸度,最终实现约束锌尖晶石样品的变价金属阳离子钴的价态。

[0068] 步骤11、将装有混合物粉末的石墨坩埚,借助于常压高温条件的马弗炉,以较低的300℃/小时的升温速率,升高温度至1100℃,恒温5小时。比较缓慢的高温煅烧速率和较长的恒温时间,其目的在于更有利于控制石墨样品仓内的氧气氛,更有利于完全去除混合物粉末中残留的硝酸、草酸和其它的有机物。

[0069] 步骤12、以200℃/小时的降温速率,马弗炉内的石墨坩埚的混合样品粉末降至室温,相比升温速率,选择较为缓慢的降温速率,更容易形成蜂窝状松散的样品粉末,小心取出混合物样品粉末。

[0070] 步骤13、将蜂窝状松散的样品粉末置于超硬的加厚刚玉研钵中,将其充分研磨1小时,获得细粒化的和均匀化的锌尖晶石粉末样品混合物。

[0071] 步骤14、将均匀的和细粒的锌尖晶石粉末样品混合物,借助于不锈钢压片机的高精度的碳化钨磨具尺寸 $\Phi 10.0\text{mm} \times 10.0\text{mm}$ ,将冷压成 $\Phi 10.0\text{mm} \times 3.0\text{mm}$ 的样品圆片共3片。将冷压好的3片样品混合物,垂直叠加在一起,放置在石墨坩埚中。

[0072] 步骤15、在装有3片叠加样品的石墨坩埚壁上,采用高速电钻对称地钻出两个孔径是1.0毫米的对称圆孔。小心将0.5毫米的铂铑合金丝,穿过两个1.0毫米的石墨坩埚壁对称圆孔,使其悬挂在高温氧气氛炉的正中间。连接石墨坩埚的铂铑金属丝两端,固定在竖直的0.6毫米孔径的四孔氧化铝管上,四孔氧化铝管的外径为5.0毫米和长度为40厘米。四孔氧化铝管上端固定在随时可以放入和拉出炉体的圆盖子的正中间。

[0073] 步骤16、在高温氧气氛炉侧面,提前放置一个盛有3升的二次去离子纯净的冷水不锈钢容器,其目的在于将盛有样品的石墨坩埚,在极高的温度下,可将样品直接从高温氧气氛炉中拉出,并快速浸没在3升的二次去离子水的冷水不锈钢容器中,使其快速冷却,其主要目的在于避免炉体缓慢降温过程中变价金属元素钴,再次被氧化/还原、很好实现样品快速淬火以及完整地保留玻璃态的锌尖晶石样品。

[0074] 步骤17、在高温氧气氛炉的炉体的最顶端,与氩气惰性气体钢瓶、比例可调的一氧化碳和二氧化碳钢瓶相互连通,通过气压计来控制通入样品仓内气体的量,且在样品高温煅烧过程中,每一种气体可以通过阀门进行随时切换和调节。本发明,采用氩气惰性气体,其目的在炉体温度低于800℃时,提供绝对还原的氧气氛环境。

[0075] 本发明采用比例可调的一氧化碳和二氧化碳,其目的在于炉体温度高于800℃时,可以很好控制样品高温煅烧过程中氧逸度。如炉体温度高于800℃时,继续通入氩气惰性气体,将会导致样品仓内处于过还原的氧气氛环境,可能会使变价元素钴被还原成金属钴,因此在温度高于800℃,我们采用比例可调的一氧化碳和二氧化碳混合气体控制高温氧气氛

炉腔体内样品氧逸度,其反应原理为 $2\text{CO} + \text{O}_2 \rightleftharpoons 2\text{CO}_2$ ,可以很好实现调节样品腔体内的任意氧气分压,进而实现钴掺杂的无水锌尖晶石单晶中含变价金属元素钴的价态。

[0076] 高温氧气氛炉炉体的最高额定温度1800℃。打开高温氧气氛炉的循环冷却水,以降低炉体的上下温度,避免整个炉体温度过高,可能引起一氧化碳和二氧化碳泄漏,从而引发危险。

[0077] 打开高灵敏度的氩气、一氧化碳和二氧化碳浓度的监测报警器,为避免氧气氛炉高温煅烧过程中发生气体泄漏,保证操作人员安全。

[0078] 步骤18、打开氩气惰性气体阀门,旋转气体气压计控制的指针按钮,持续充气30分钟,其目的在于适当驱逐样品仓内的多余空气。在氩气惰性气体保护下,以400℃/小时的升温速率,将样品进行高温煅烧至800℃。

[0079] 步骤19、待炉体内温度800℃后,快速切换一氧化碳气瓶和二氧化碳气体控制阀门,旋转气体气压计控制的指针按钮,使通过样品氧气氛炉内的一氧化碳和二氧化碳的体积比达到4:1,其目的在高温煅烧过程中,该体积比的一氧化碳和二氧化碳混合气体,可很好地调节样品仓内的氧逸度。

[0080] 步骤20、待体积比4:1的一氧化碳和二氧化碳控制样品仓内氧逸度的混合气体气流达到稳定后,该步骤需要的时间大约3-5分钟,再以200℃/小时的升温速率将炉体内样品仓的温度升高至1400℃,恒温焙烧15分钟,使之熔化成玻璃态的锌尖晶石。在高温氧气氛炉升温过程中,针对从室温-800℃以及800℃-1400℃的不同温度区间范围内,分别对样品仓采用400℃/小时和200℃/小时的两段完全不同的升温速率。本发明,随着高温氧气氛炉内样品仓的温度升高,施以较为缓慢的升温速率,将更有利于钴掺杂的锌尖晶石中Zn-O、Al-O、Co-O等较强离子键的形成;将更加精准地实现高温氧气氛炉内样品仓的温度控制;将完全可以避免由于样品仓热传递不平衡,导致炉体内局部区域的温度过高,进而很容易损坏氧气氛炉发热体等多重目的。

[0081] 采用一氧化碳和二氧化碳混合气体控制氧气氛的高温焙烧过程目的在于:为本发明实现合成大颗粒的钴掺杂的无水锌尖晶石单晶,提供更加纯净的锌尖晶石玻璃态物质;氧气氛条件下的高温煅烧可更好地控制产物中变价金属元素钴的价态;较高的1400℃煅烧温度,可确保在马弗炉高温煅烧后可能少量残留的挥发份、硝酸、草酸、有机物等影响样品制备的物质,均已全部挥发完全。

[0082] 本发明采用恒温焙烧15分钟,采用相对较短的焙烧时间,因为在温度高于1350℃下锌尖晶石粉末会发生快速熔化。如果焙烧时间过短,在锌尖晶石熔化产物中可能存在一些初始物粉末的残留,严重影响制备产物锌尖晶石样品的化学组分;如果焙烧时间过短,不利于锌离子、铝离子、钴离子等金属阳离子之间发生充分的离子交换和化学扩散,亦不利于锌尖晶石中较强的离子键Zn-O、Al-O、Co-O等形成稳固的化学键;如果焙烧时间过短,掺杂的钴元素在锌尖晶石中发生分层、分异等元素分布不均匀现象,从而严重影响制备效果;如果焙烧时间过短,使之产物的密度降低,可能很难形成高致密性的锌尖晶石玻璃。然而,焙烧时间高于15分钟可能在导致熔化过于充分,从而导致样品牢牢附着在石墨坩埚壁上,难以清理干净,同时也会增加样品制备成本。

[0083] 步骤21、待样品在温度1400℃条件下恒温焙烧15分钟后,将装有样品的石墨坩埚、四孔氧化铝管和炉体上圆盖,一起拉出炉体,直接浸没在盛有3升的二次去离子纯净的冷水不锈钢容器中,使其快速淬火成锌尖晶石玻璃,快速淬火目的在于很好保存了高温下成分均匀的玻璃态锌尖晶石样品。

[0084] 步骤22、将淬火后的玻璃态锌尖晶石样品,从石墨坩埚中小心取出,在刚玉研钵中,进行充分研磨,使其成细粒的和成分均一的样品粉末。将玻璃态锌尖晶石粉末,放置在200℃条件下的真空干燥箱,干燥12小时。

[0085] 步骤23、在冷等静压机上,将锌尖晶石玻璃粉末,采用高精度的 $\Phi 4.0\text{mm}$ (直径) $\times 10.0\text{mm}$ 的碳化钨磨具,进行冷压成型,将冷压成 $\Phi 4.0\text{mm} \times 4.0\text{mm}$ 的圆柱体样品。

[0086] 步骤24、将圆柱体锌尖晶石样品,密封在 $\Phi 4.0\text{mm}$ (内径) $\times 4.4\text{mm}$ 和壁厚为0.2mm的石墨管内,样品管的上和下两端采用 $\Phi 4.0\text{mm}$ (直径) $\times 0.2\text{mm}$ (高度)的石墨片,采用石墨作为密封材料,主要目的在于控制样品腔内维持在一氧化碳和二氧化碳的氧逸度值控制的范围内,最终实现约束锌尖晶石样品的变价金属元素钴的价态。

[0087] 步骤25、锌尖晶石是地球与其它类地行星中下地壳和上地幔区域中重要的富锌的和富铝的重要氧化物矿物之一,为真实模拟地球及其它类地行星中下地壳深度锌尖晶石的生长环境,以及反演锌尖晶石矿物相的稳定存在的温度和压力条件,将装有样品石墨管,放在实验室Kawai-1000t典型的6-8型多面顶大腔体高温高压设备上,设定升压速率和升温速率分别为0.5GPa/小时和10℃/分钟,将压力和温度分别升至3.0GPa和1050℃条件下,进行热压烧结,反应时间为恒温恒压72小时。

[0088] 本发明所选的3.0GPa的高压以及1050℃的烧结温度的制备工艺,完全是基于锌晶石本身的物理化学性质而设计的。具体主要目的如下:首先,该高温高压条件、较为缓慢的升压升温速率和较长的恒温恒压反应时间的制备工艺,完全可以保证从初始物的锌尖晶石玻璃相粉末,到锌尖晶石晶体相的完全矿物相转变,且最终产物锌尖晶石矿物相在该温压条件可稳定存在;其次,该高温高压条件、较为缓慢的升压升温速率和较长的恒温恒压反应时间的制备工艺,使锌离子、铝离子、钴离子等金属阳离子的自扩散和化学扩散系数明显增加,从而实现锌尖晶石晶体中钴离子对金属锌离子的类质同象替换,并反应完全并无游离态的钴元素残留,进而形成完美的稀土元素钴掺杂的锌尖晶石单晶样品;其次,该高温高压条件、较为缓慢的升压升温速率和较长的恒温恒压反应时间的制备工艺,完全可以确保Zn-O、Al-O、Co-O等之间稳固的化学键形成,从而避免掺杂的钴元素在锌尖晶石中发生分层、分异等元素分布不均匀现象,进而实现均匀的等轴晶系的钴掺杂的锌尖晶石单晶样品;最后,该高温高压条件、较为缓慢的升压升温速率和较长的恒温恒压反应时间的制备工艺,使最终制备产物锌尖晶石中的钴元素分布更加均匀,同时使得产物的密度增大、强度增加和粒度增大,从而制备出具有元素分布均匀的、机械强度高、密度大等优越物理化学性能的钴掺杂的大颗粒的等轴晶系锌尖晶石单晶样品。

[0089] 本发明高温高压反应时,温度采用两组耐高温的钨铼热电偶来进行精确标定。钨铼热电偶具有温度-电势线性关系好、热稳定性可靠、价格便宜等优点,可实现温度标定范围0-2300℃,广泛应用于高压矿物物理学实验、高新冶金工业、高温电子热电系统结构工程、空间运载工具、核反应堆等领域超高温的温度标定。每一组钨铼热电偶是由两种材质不同的钨铼合金组成的,其化学组成为 $\text{W}_{95\%}\text{Re}_{5\%}$ 和 $\text{W}_{74\%}\text{Re}_{26\%}$ 。将直径为0.1毫米的不同材质的

钨铼热电偶金属丝,一端搭在一起,并用台钳将其悬成麻花状;将直径为0.1毫米的不同材质的钨铼热电偶金属丝的另外一端,分别接在大功率的焊接稳压直流电源的正负极上。调节大功率的焊接稳压直流电源的输出电流控制旋钮,使之在金属丝上通入较大的电流,使麻花状的钨铼高温热电偶丝,完全浸没在饱和氯化钠溶液中,将其熔化,并焊接成球状,去除球状热电偶丝的氧化层。采用上述相同的技术方案,分别制备出两组热钨铼热电偶,并将每一组钨铼热电偶对称安放在石墨管样品腔的上下两端。本发明,采用上下两端分别安放钨铼双热电偶,该技术即可实现样品腔体内的温度精确标定,还可精确指示样品仓上下两端的温度梯度,确保锌尖晶石样品合成过程样品处于一个稳定的恒温区。

[0090] 步骤26、在3.0GPa和1050℃条件下,恒温恒压72小时后,以3℃/分钟的降温速率,将样品腔体内的温度从1050℃降低至800℃,恒温1小时;再以5℃/分钟的降温速率,将样品腔体内的温度从800℃降低至室温。采用阶梯式降温及相对于样品制备的升温速率(10℃/分钟),以较为缓慢的恒压降温速率,将进一步提升钴元素分布均匀的、机械强度高的和密度大的钴掺杂的锌尖晶石单晶样品的优越物理化学性能,完全避免因过快的降温速率而导致样品产生应力不均匀,进而导致锌尖晶石晶体出现裂纹和破损,并且该制备工艺将更有利于大颗粒的锌尖晶石单晶的晶体生长,从而实现百微米级的锌尖晶石大颗粒单晶样品的制备。

[0091] 步骤27、待样品腔体内的温度降低至室温后,以0.5GPa/小时降压速率,将样品腔体内的压力从3.0GPa降低至常压。此外,本发明,热压烧结获得钴掺杂的无水锌尖晶石样品制备工艺,制备过程纯净,无任何来自样品本身、高压样品组装等可能水源物质的引入。

[0092] 步骤28、高温高压制备反应完成后,将样品从Kawai-1000t典型的6-8型多面顶大腔体高温高压设备上取出。小心去除包裹样品的石墨管,采用高精度的金刚石线切割仪,把圆柱状样品从正中间切开。在20倍数的高精度奥林巴斯显微镜下,挑选出锌尖晶石单晶。

[0093] 本发明所获得的锌尖晶石单晶是单一物相,无任何其他杂质相;电子探针(EPMA)检测结果,获得的锌尖晶石单晶分子式为 $ZnAl_2O_4$ ;多功能离子质谱仪(ICP-MS)检测结果,获得的锌尖晶石单晶中钴含量为7096ppm wt%;真空傅里叶变换红外光谱(FT-IR)检测结果,获得的钴尖晶石样品的水含量低于4ppm wt%,具有较低的水含量,属于无水的氧化物矿物。

[0094] 本发明所获得的钴掺杂的无水锌尖晶石单晶为立方晶系,空间群为Fd3m(no.227),晶格参数为 $a=b=c=8.0851 \text{ \AA}$ , $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ ,晶胞体积为 $528.570 \text{ \AA}^3$ ,平均粒径尺寸为132微米,最大粒径尺寸为334微米。

[0095] 本发明得到的钴掺杂的无水锌尖晶石单晶纯度高、粒径尺寸大、化学性能稳定、机械强度高优越性能,尤为重要,钴含量高(7096ppm wt%),而且锌尖晶石中的钴含量完全可以控制。通过改变加入的初始物质固态的乙酰丙酮合钴结晶体的化学试剂量从67.6414毫克到90.1885毫克,最终实现得到的钴掺杂的无水锌尖晶石样品中的对应钴含量从6000ppm wt%到8000ppm wt%。得到的钴掺杂的无水锌尖晶石完全可以满足地球与其它类地行星中下地壳和上地幔区域矿物在高温高压条件下物理学实验模拟的需求,突破了现有的锌尖晶石单晶合成的技术瓶颈,为探究高温高压条件下地球与其它类地行星中下地壳和上地幔区域的单晶矿物晶格优选方位和晶轴各向异性研究提供了重要的实验样品支撑。