٠.

1991年6月					
\$	× * ·	~ ~	<u>هه م</u>	• •• •	~ ~
5	Df	究	简	报	\$
r.	~ ~ ~	~ ~	<u>م</u> ، ب	• •• •	• • \$

热分解法制备希土氧化物超微粉末

洪广言 李红云

(中国科学院长春应用化学研究所, 长春 130022)

关键词: 超微粉末 希土氧化物 热分解法

引 言

超微粉未已被视为九十年代的新材料⁽¹⁾,它的许多奇特的性质和令人惊异的应用不仅引 起人们的重视,并开展了许多研究。但目前对希土金属及其化合物的超微粉未的研究则报道 甚少⁽²⁾。尽管如此,希土超微粉未已经在磁性材料、超导材料、传感器、超高温耐热合金等 方面获得应用,并取得了明显的效果。

超微粉末的合成方法甚多,但均不成熟、寻求合成希土超微粉末的方法则是一个重要的 识题。我们在研究醇盐法制备氢氧化钕、氧化钕超微粉未的同时⁽³⁾,采用热分解法制备了一 系列希土氧化物超微粉末,观察了它们粒径变化的规律,得到一些新的结果。

实验部分

热分解制备希土超微粉末是一个简单易行的方法,用热分解法制备氧化钇的超微粉末文 献中曾有报道⁽⁴⁾.本文用热分解希土柠檬酸或酒石酸配合物,获得一系列希土氧化物超微粉 末。制备工艺如下:称取一定量的希土氧化物(纯度均大于 99.9%),用盐酸(优级纯)溶 解,调节溶液的酸度后加入计算量的柠檬酸或酒石酸(均为分析纯),加热溶解、过滤、蒸 干,取出研细后放入瓷坩锅内,于一定温度下灼烧一段时间,即可得所需的希土氧化物超微 粉末。实验中观察到原料配比、灼烧温度和时间对形成超微粉末有重要影响。

超微粉末的形态在 H-500 型透射电镜上测定。样品的结构分析在日本理学 D / max-ⅡB 型 X 射线衍射仪上进行。

结果与讨论

一、配比的影响

在 Y₂O₃ 与柠檬酸(HA)不同克分子比时,即 Y: HA 分別为 1:1、1:2 或 1:3 的条件下制备 Y₂O₃ 超微粉末,其粒径均能达到 0.1 微米以下。实验中观察到 Y:HA 为 1:3 时样品最易分散、且粒径较小,测得该样品的比表面为 26 米²/克、粒径 < 0.04 微米。电镜照片见

本文于1988年11月17日收到。

______ 图 1。

用酒石酸代替柠檬酸,在Y: HA为1:3时制备的Y₂O₃超微粉末的结果与柠檬酸相同。



- 图 1 Y₂O₃ 超微粉末的电镜照片(X25000) Fig.1 TEM photo of UFP for Y₂O₃(X25000)
- 二、Ln₂O₃ 超微粉末的合成与观察

以柠檬酸为配位剂,在 Ln: HA 为 1:3 条件下,用热分解法制备了 La₂O₃、Nd₂O₃、 Sm₂O₃、Dy₂O₃和 Yb₂O₃的超微粉末。电子显微镜观察结果示于照片 2-4。从电镜照片可见 所合成的 Ln₂O₃超微粉末均呈粒状,粒径均小于 0.1 微米。



图 2 La₂O₃(a)和 Nd₂O₃(b)超微粉末的电镜照片(X 20000)

Fig.2 TEM photo of UFP for $La_2O_3(a)$ and $Nd_2O_3(b)$



图 3 Sm₂O₃ 超微粉末的电镜 照片(X25000) Fig.3 TEM photo of UFP for Sm₂O₃(X25000)



(X20000)

图 4 Dy₂O₃(a)和 Yb₂O₃(b)超微粉末 的电镜照片(X20000) Fig.4 TEM photo of UFP for Dy₂O₃(a)

and Yb₂O₃(b)(X20000)

电子衍射分析表明,它们均为多晶颗粒。对比所制备的各种希土氧化物超微粉末发现,重希 土氧化物的超微粉末的粒径较轻希土氧化物的小。

三、X 射线衍射分析

测定了超微 Y₂O₃ 粉末的 X 射线衍射图、并与一般 Y₂O₃ 粉末的衍射图进行比较。观察到 它们的衍射峰位置相同,与 JCPDS(25-1200)卡片相符,均属于立方晶系,空间群 Ia3。但观 察到超微 Y₂O₃ 粉末的衍射峰较一般 Y₂O₃ 粉末明显变宽,相对强度减弱。其原因是由于超微 粉末与原子或分子仅差一、二个数量级、颗粒很小,构成微晶的原子数目较少,故晶面有 限,以致不能再近似地看成具有无限多晶面的理想晶体,所以使其衍射峰变宽,强度变弱。

参考文献

(1) 洪广言、李红军、越淑英等, 无机材料学报, (2), 97 (1987).

- (2) 洪广言, 稀土, (5), 57 (1987)。
- (3) 景晓燕、洪广言、李有谟,中国稀土学报,(2) 47 (1989)。
- (4) C. A. 102, 151527c.

PREPARATION OF RARE-EARTH OXIDES ULTRAFINE POWDER BY THERMOLYSIS

1

Hong Guangyan Li Hongyun

(Changchun Institute of Applied Chemistry, Academia Sinica, Changchun130022)

A series of rare-earth oxides ultrafine powder were prepared by thermolysis. The influences of synthetic condition for product were investigated. It was observed that the partical diameter has to do with radius of Ln^{3+} ion, the partical diameter or ultrafine powder of heavy rare-earth is longer than one of light rare-earth, and that X-ray diffraction peak change wide as formed ultrafine powder.

Keywords: ultrafine powder rare-earth oxide thermolysis