

研究简报

0614.233

Ba₂SbInO₆双钙钛矿的水热合成和表征

李宝华* 郑文君 庞文琴

0614.531

(吉林大学化学系无机合成与材料制备开放实验室, 长春 130023)

(沈阳农业大学基础部, 沈阳 110161)*

利用水热晶化法制备了 Ba₂SbInO₆ 纯相, 并通过 XRD、SEM、IR、XPS 和 ICP 等方法, 对产物的物相、形貌、结构和组成进行了表征。初步结构表征结果表明, 产物可能为 B 位离子无序排列的立方钙钛矿结构, 空间群为 Pm3m, 晶胞参数为 a=0.4132 nm。产物粉末呈现立方晶型, 粒度约为 0.5~2 μm。

关键词: 水热合成 双钙钛矿 Ba₂SbInO₆ 氧化物 结构

1 引言

钡 铋 钽 ~~晶~~

我们在钙钛矿型氧化物水热合成的成功经验基础上^[1-2]开展了铋系双钙钛矿的水热合成和性质研究。本文报道了 Ba₂SbInO₆ 的水热合成、物相和初步的结构表征。

2 实验

2.1 合成方法

以 Ba(OH)₂ (分析纯)、CaH₂O₇SbK0.5H₂O (分析纯) 或 SbCl₃、自制 In(OH)₃ (纯度在 90% 以上)、KOH (分析纯) 和去离子水为原料, 将 Ba:Sb:In=2.2:1:1 的原料在 8 mol KOH 介质中混合制成浆状物, 搅拌均匀, 装入带有聚四氟乙烯衬套的不锈钢反应釜中, 在 240~260 °C 下晶化 1~7 天, 得 Ba₂SbInO₆。产物经去离子洗涤后、过滤、干燥。

2.2 仪器

物相鉴定用日本理学 D/MAX-III A 型 X 射线粉末衍射仪 (30 kV, 20 mA, CuKα); 晶体形貌测试用日本日立 X-650 型扫描电镜; 红外光谱用美国 Nicolet 5DX-FTIR 分光光度计测量, KBr 压片; XPS 测定用 VG MAR-I 型 XPS 光谱仪, 以 MgKα 辐射为 X-射线激发源, 检测真空度为 1×10⁻⁶ Pa, 电子结合能采用污染碳 C_{1s}=285.00 eV 为内标; 元素分析采用美国 Leeman Labs, Plasma-SPEC(I)-AES 型 ICP 分析仪测定。

收稿日期: 1997-08-29。收修改稿日期: 1998-03-14。

* 通讯联系人。

第一作者: 李宝华, 男, 53 岁, 副教授; 研究方向: 无机化学。

3 结果与讨论

3.1 XRD 和 SEM 分析结果

产物为黄白粉末。产物的 XRD 谱图呈现为钙钛矿结构的特征峰形。无明显杂相生成,但产物中仍残留有一定量的无定型成分,可能来源于产物表面吸附的 Sb(OH)_x 和 In(OH)_x。测试(图1)表明,产物为 0.5~2 μm 的立方晶体,粒度较为均匀。产物的 ICP 分析结果表明 Ba:Sb:In 近似为 2:1:1。

3.2 IR 和 XPS 分析结果

Ba₂SbInO₆ 的 IR 测试结果表明在 600~700 cm⁻¹ 波数处存在一强吸收峰,该吸收峰对应于 Sb(V)O₆ 伸缩振动。双钙钛矿 IR 吸收是分立的,主要表现为高价 B 位离子的振动特征^[3]。

Ba₂SbInO₆ 的 Sb(V) 3d⁵ 的 XPS 的测试结果呈现为两个对称性良好的吸收峰,对应的电子结合能分别为 538.25 和 548.29 eV,与 Sb(V) 3d⁵ 标准谱图吻合良好。

3.3 Ba₂SbInO₆ 结构类型的初步表征

Ba₂SbInO₆ 在 850 °C 下灼烧 10 小时后的 XRD 谱图示于图2。从图2中,几乎观察不到无定形成份。根据灼烧后产物的 XRD 数据求得的指标化结果与文献^[3]一致,为 B 位离子无序排列的立方双钙钛矿结构,属于 Pm3m 空间群。晶胞参数为 a=0.4132 nm。B 位离子呈无序排列,可能是合成和热处理温度不很高所致,低温则易形成 B 位离子的无序性排列^[4]。但结构类型的准确确定有待更为详细的研究工作。



图1 Ba₂SbInO₆ 的 SEM 形貌
Fig. 1 SEM morphology of Ba₂SbInO₆

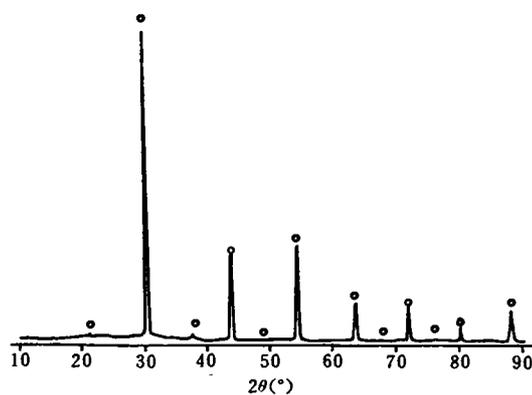


图2 Ba₂SbInO₆ 的 XRD 谱图
Fig. 2 X-ray powder diffraction pattern of Ba₂SbInO₆ after calcined treatment 800 °C/10 h

参 考 文 献

- [1] 郑文君、庞文琴, 高等学校化学学报, 1996, 17(4), 523.
[2] Zheng, W. J.; Pang, W. Q. *Mater. Lett.*, 1997, 30, 93.
[3] Sleight, A. W.; Waed, R. *Inorg. Chem.*, 1984, 3(2), 292.
[4] Blases, G. J. *Inorg. J, Nucl. Chem.*, 1965, 27, 993.

HYDROTHERMAL SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF DOUBLE PEROVSKITE-TYPE Ba_2SbInO_6

* Li Baohua Zheng Wenjun Pang Wenqin

(Key Laboratory of Inorganic Synthesis and Preparative Chemistry, Department of Chemistry,
Jilin University Changchun 130023)

(* Basic Course Department, Shenyang Agricultural University, Shenyang 110161)

Double perovskite-type Ba_2SbInO_6 was prepared by hydrothermal method. The phase, morphology, structure and Ba:Sb:In ratio were characterized by the techniques such as XRD, SEM, IR, XPS and ICP method. The results indicated that the phase is cubic perovskite-type structure. Its B-cations exhibits random arrangement with a cell parameter $a = 0.4132$ nm. The space group of Ba_2SbInO_6 is $Pm\bar{3}m$. The powders of Ba_2SbInO_6 shown a cubic shape in which grain sizes are 0.5~2 μm .

Keywords: hydrothermal synthesis double perovskite Ba_2SbInO_6 oxide