

М.М.МАТАЕВ, Н.О.МЫРЗАХМЕТОВА, А.Н.ОРАЗЫМБЕТОВА

СИНТЕЗ И РЕНТГЕНОГРАФИЯ СЛОЖНОГО ВИСМУТИТА

(КазГосЖенПУ)

Методом твердофазной реакции синтезирован смешанный сложный висмутит состава $YbMgBiO_4$. Проведены комплексные исследования, включающие термический анализ, порошковую рентгенографию, электронную микроскопию.. Установлено, что полученная фаза кристаллизуется в кубической сингонии.

На основе феррита висмута создают новые магнитоэлектрические материалы, использующиеся в системах записи и хранения информации [1], что связано с рекордно высокими температурами сегнетоэлектрического ($T_c = 1083\text{K}$) и магнитного ($T_N = 633\text{ K}$) упорядочений. В работе [2] изучены структурные, сегнетоэлектрические, диэлектрические и магнитные свойства пленок $\text{BiFe}/\text{Pb}(\text{Zr}_{0.5}\text{Ti}_{0.5})\text{O}_3$ полученных методом химического осаждения из нитратов.

Такие электрофизические свойства можно ожидать в системе сложных смешанных висмутитов [3]. Цель настоящей работы – синтез и исследование новых поликристаллических сложных висмутитов твердофазным способом. В качестве исходных компонентов использовали: оксид висмута марки («х.ч.»), карбонат магния («ос.ч.»), оксид иттербия («ос.ч.»). Твердофазный синтез проводили на основании термических данных исходных компонентов и учитывали условия Таммана для керамических реакций. Предварительно отожженные в муфельной печи при температуре 400°C в течение одного часа стехиометрически расчетанные смеси исходных компонентов тщательно перемешали и перетирали в агатовый ступке, помещали в алюндовые тигли и отжигали в силиковой печи. Отжиг проводили в два этапа. Первый этап 600°C в течение 48 часов, второй этап – 800°C в течение 20 часов[4].

Рентгеновскую съемку синтезированных фаз проводили на рентгеновском дифрактометре X¹Pert MPD PRO (PANalytical) , особенности морфологии поверхности керамики исследованы в контактном режиме на электронном микроскопе фирмы JEOL марка JED-2300. Микроструктура поликристаллической фазы $YbMgBiO_4$ представлены на рис.1.

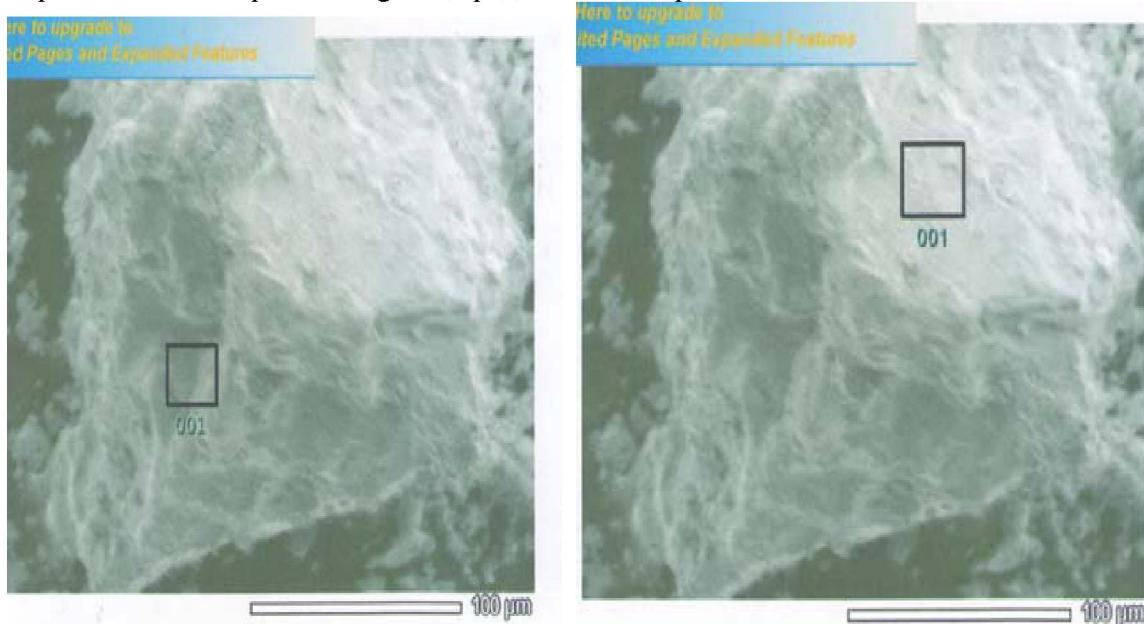


Рис.1. Микродифракция структуры $YbMgBiO_4$

Как следует из микрофотографий, наблюдаются ориентированные пластинчатые кристаллы с латеральными размерами до 10 мкм, растущие слоями, паралельными друг другу.

Характеристические рентгеновские спектры электронных переходов на внутренних уровнях атомов между соседними электронными орбитами по направлению слоев [001] приведены на рис.2., количественные результаты – в таблице 1.

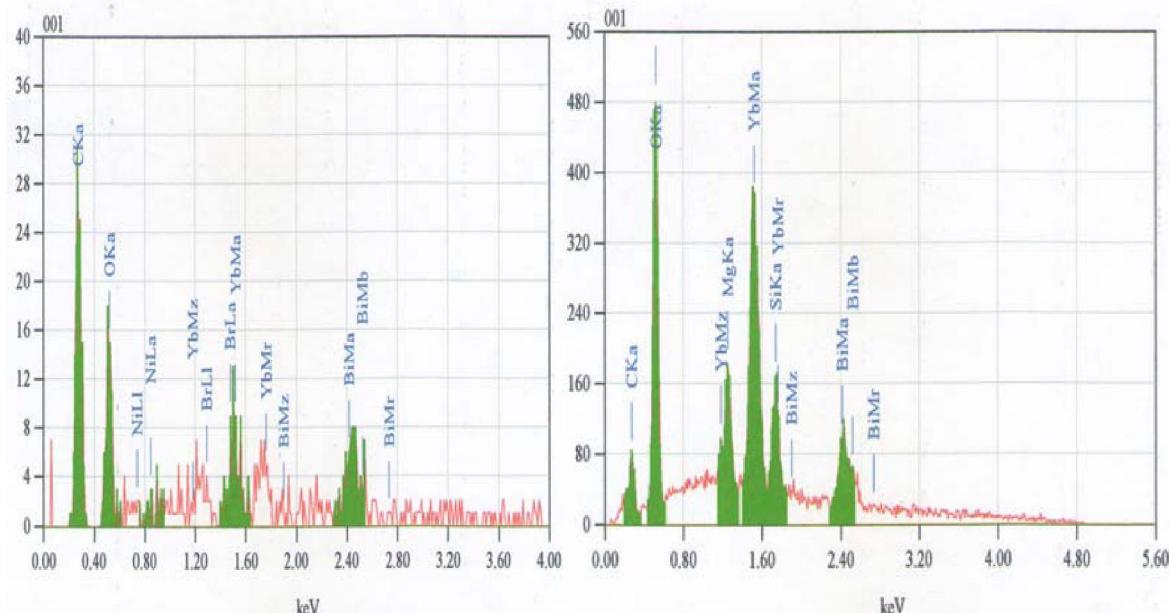


Рис.2. Характеристические рентгеновские спектры YbMgBiO_4

Таблица 1. Количественные результаты

| Элементы | кэВ | масса | ошибка | атом | Элементы | кэВ | масса | ошиб | атом |
|----------|-------|-------|--------|-------|----------|-------|-------|------|-------|
| C | 0,277 | 26,77 | 0,06 | 68,29 | C | 0,277 | 2,37 | 0,02 | 11,48 |
| O | 0,525 | 10,56 | 0,12 | 20,22 | O | 0,525 | 13,19 | 0,03 | 47,88 |
| Ni | 0,851 | 1,24 | 0,48 | 0,64 | Mg | 1,253 | 3,01 | 0,05 | 7,18 |
| Br | 1,480 | 5,89 | 0,51 | 2,26 | Si | 1,739 | 4,52 | 0,09 | 9,34 |
| Yb | 1,521 | 14,64 | 1,38 | 2,59 | Yb | 1,521 | 47,46 | 0,39 | 15,93 |
| Bi | 2,419 | 40,91 | 2,72 | 6,00 | Bi | 2,419 | 29,45 | 0,82 | 8,19 |

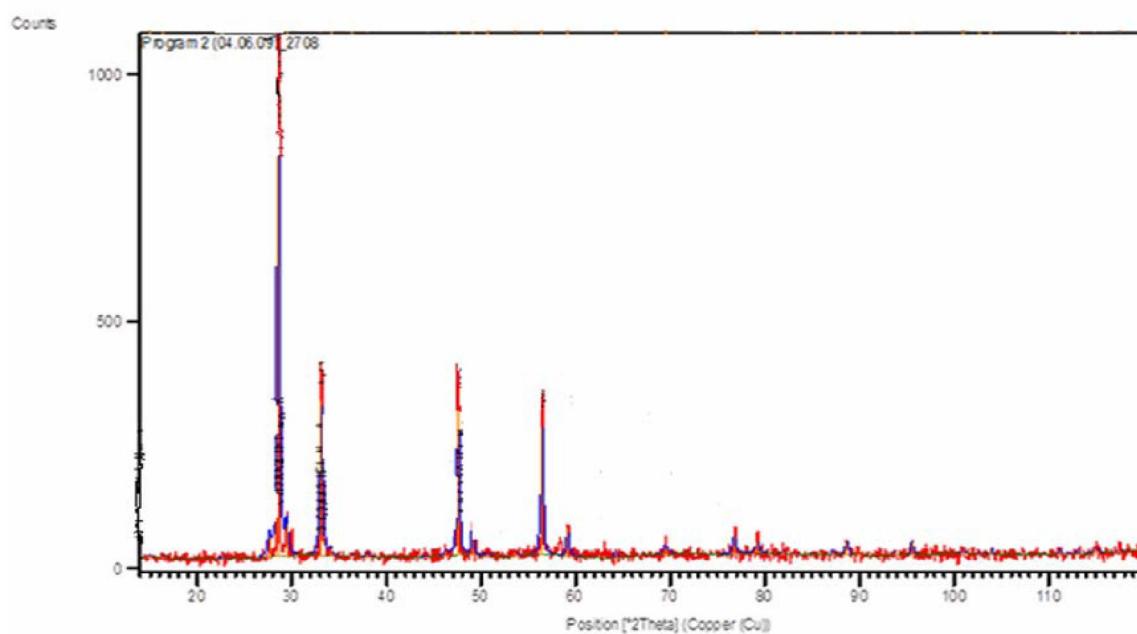


Рис.3. Рентгенограмма фазы YbMgBiO_4

Таблица 2. Индицированные рентгенограммы порошка состава YbMgBiO_4

| № | [°2Th.] | d-[Å] | Int. [%] | $10^4/d^2$ эксп. | hkl | $10^4/d^2$ теор. |
|----|----------|---------|----------|------------------|-------|------------------|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 16,3886 | 5,40445 | 0,29 | 344 | 200 | 346 |
| 2 | 22,5761 | 3,93529 | 1,08 | 646 | 220 | 688 |
| 3 | 27,6233 | 3,22665 | 5,01 | 9,61 | 310 | 965 |
| 4 | 28,5992 | 3,11872 | 100 | 1028 | 222 | 1034 |
| 5 | 29,4698 | 3,02854 | 7,82 | 1090 | 222 | 1096 |
| 6 | 33,1458 | 2,70057 | 37,77 | 1371 | 400 | 1377 |
| 7 | 36,4133 | 2,46539 | 0,4 | 1645 | 331 | 1643 |
| 8 | 38,0406 | 2,36358 | 0,97 | 1790 | 420 | 1797 |
| 9 | 46,2991 | 1,95939 | 1,18 | 2604 | 521 | 2595 |
| 10 | 47,5724 | 1,90987 | 35,82 | 2742 | 440 | 2755 |
| 11 | 49,1216 | 1,8532 | 5,94 | 2912 | 530 | 2927 |
| 12 | 50,6213 | 1,80176 | 0,66 | 3080 | 600 | 3099 |
| 13 | 53,7772 | 1,70323 | 0,59 | 3447 | 620 | 3444 |
| 14 | 56,4514 | 1,62872 | 31,13 | 3770 | 622 | 3788 |
| 15 | 59,1756 | 1,56008 | 6,86 | 4109 | 444 | 4127 |
| 16 | 79,2262 | 1,20812 | 2,55 | 6851 | 840 | 6862 |
| 17 | 81,9075 | 1,17522 | 0,69 | 7241 | 921 | 7250 |
| 18 | 88,6324 | 1,1026 | 3,44 | 8225 | 933 | 8225 |
| 19 | 89,9164 | 1,09016 | 0,36 | 8414 | 941 | 8428 |
| 20 | 93,7421 | 1,05547 | 1,03 | 8947 | 10,21 | 8954 |
| 21 | 95,5872 | 1,03992 | 3,27 | 9247 | 431 | 9246 |
| 22 | 100,9662 | 0,99852 | 0,71 | 10030 | 10,40 | 10022 |
| 23 | 102,6638 | 0,98658 | 0,13 | 10274 | 10,40 | 10277 |
| 24 | 103,9809 | 0,97765 | 1,48 | 10463 | 10,33 | 10462 |
| 25 | 111,1923 | 0,93361 | 1,16 | 11473 | 10,44 | 11473 |
| 26 | 112,2033 | 0,92804 | 0,47 | 11611 | 10,53 | 11604 |

Индицирование рентгенограммы порошка YbMgBiO_4 проводили методом гомологии, искажением исходной структуры $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$, фаза кристаллизуется в кубической объемноцентрированной решетке. Достоверность результатов подтверждает четные суммы индексов Миллера (hkl), а также удовлетворительные совпадения экспериментальных и теоретических значений обратных величин квадратов межплоскостных расстояний. При значении числа формульных единиц, равной 16, параметр элементарной ячейки $a=10,81\text{\AA}$, что подтверждается удовлетворительным согласием величин рентгеновских ($9,884\text{г}/\text{см}^3$) и пикнометрических ($9,897\text{г}/\text{см}^3$) плотностей.

ЛИТЕРАТУРА

- Woodward D.I., I.M., Eitel R.E., Randall C.A. Crystall and Domain Structure of the $\text{BiFeO}_3\text{-PbTiO}_3$ Solid Solution// J. Appl. Phys. 200.V. 94. № 5. P.3313-3318
- Li Y. W.J.L., Chen J. et al. Structural, Ferroelectric, Dielectric and Magnetic Properties of $\text{BiFeO}_3/\text{Pb}(\text{Zr}_{0,5}\text{Ti}_{0,5})\text{O}_3$ Multilayer Films Derived by Chemical Solution Deposition // Appl. Phys. Lett. 2005.V. 87. P. 182902-1-3.
- Матаев М.М. "Сложные висмутиты РЭЭ и стронция" // Вестник КазНУ им.Аль-Фараби. –2002. -№2. –С.143-146.
- Калдыбаева А.К., Кездикбаева А.Т., Матаев М.М, Алдабергенов М.К. "Прогноз некоторых сложных висмутитов" // Вестник КазНУ. –2004. -№ 3 (35). -С.87-90.

Mataev M.M., Мырзахметова Н.О., Оразымбетова А.Н.

КҮРДЕЛІ ВИСМУТТЫҢ СИНТЕЗІ ЖӘНЕ РЕНТГЕНОГРАФИЯСЫ

Қатты фазалық YbMgBiO_4 реакциясы әдісінен аралас күрделі висмуттит құрамы синтезделген. Құрамына термиялық талдау, ұнтақтық рентгенография, электрондық микроскопия кіретін кешенді зерттеу жүргізілді. Алынған фаза қубтық сингонияда кристалданатыны анықталған.

Mataev M.M., Myrzahmetova N.O., Orazymbetova A.N.

SYNTHESIS AND РЕНТГЕНОГРАФИЯ COMPLEX{DIFFICULT}

By solid-phase reaction sinterovan mixed complex of bismuth YbMgBiO_4 . Conducted comprehensive studies, including thermal analysis, powder. It is established that the resulting phase crystallized in the cubic system.