

半导体光催化剂分析介绍

Introduction of analysis for semiconductor Photocatalyst

光催化剂是一种利用光合作用的化学反应等特点的催化剂，主要用在净化环境，自然净化作用，抗菌·杀菌等领域，最近，作为可再生能源的一部分，利用光催化剂进行人工光合作用正受到广泛关注。

光催化剂大致分为金属氧化物或氮化物等半导体和钨和铼等贵金属络合物。本文以 $\text{KCa}_2\text{Nb}_3\text{O}_{10}$ 为例进行说明。 $\text{KCa}_2\text{Nb}_3\text{O}_{10}$ 是由铌酸钙层与钾离子层层重叠构成的一种高温钙钛矿型的离子交换体，是半导体光催化剂的一种。对半导体光催化剂的性能评价，有各种各样分析评价方法，这里，对具有 4 种不同合成条件的 $\text{KCa}_2\text{Nb}_3\text{O}_{10}$ 粉末，进行晶体结构(晶型评价)分析，晶型评价是用多毛细管光学系统的 X 射线衍射进行的，采用紫外可见近红外分光光度计进行吸收光谱测试(吸收带测试)，进而再用显微拉曼分光光度计进行成像测试。

Y. Okamoto, M. Sugioka, H. Taniguchi, T. Tsuchibuchi

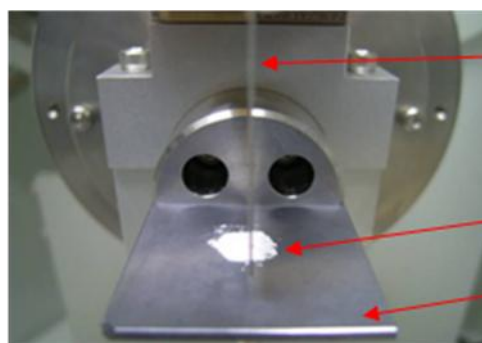
■样品

Sample

在本应用技术信息中， $\text{KCa}_2\text{Nb}_3\text{O}_{10}$ 粉末样品，是在 4 种不同合成条件下烧制而成的。

- 烧制 823K 2h、PC(Polymerized Complex method / 络合反应法)
- 烧制 1123K 2h、PC
- 烧制 1423K 2h、PC
- 烧制 1423K 10h、SSR(Solid State Reaction method / 固态反应法)

本样品由东京工业大学 大学院理工学研究院 化学专业 前田和彦教授提供。



散射防止板

(仅多毛细管光学系统)

样品

无反射样品架



岛津企业管理(中国)有限公司 大型分析仪器部

北京 北京市朝阳区朝外大街16号 中国人寿大厦14F

邮政编码 100020

电话 (010) 8525-2365

传真 (010) 8525-2327

上海 上海市淮海西路570号 红坊G栋401-403

邮政编码 200052

电话 (021) 2201-3881

传真 (021) 2201-3800

广州 广州市流花路109号之9 达宝广场703-706 室

邮政编码 510010

电话 (020) 8710-8619

传真 (020) 8710-8698

Fig.1 $\text{KCa}_2\text{Nb}_3\text{O}_{10}$ 粉末样品

Fig.2 无反射样品架上的粉末样品

■ 在装有多毛细管光学系统的 XRD 装置上测试

XRD measurement by Polycapillary parallel beam optics

多毛细管是一种可传导多束 (poly) X 射线的玻璃材质的毛细管 (Capillary)，X 射线光源 (点) 发出的 X 射线，通过这些毛细管，在高立体角处取出射线，并在反方向侧的出口处得到平行光束。这个光学系统与一般的聚焦法 (Bragg-Brentano 法) 比较，因有效提高光源的效率，可得到强度较高的 X 射线。另外，由于多毛细管光学系统采用了平行线束法，即使样品的测试面位置有偏离，衍射角度不变。因此，采用聚焦法时出现的衍射线易分离及角度偏移等问题被改善，对于测试样品表面不平的少量粉末样品或曲面样品，可作高灵敏度，高精度测试。

本次，在无反射样品架上放置 5.6mg 的粉末样品，取样测试。无反射样品架上样品的照片如图 Fig.2

Table1 XRD 测试条件
Measurement conditions

项目	多毛细管光学系统	聚焦光学系统
装置	XRD-7000	同左
测角仪半径	200mm	同左
X 射线源	LFF Cu 光管+多毛细管光学系统	LFF Cu 光管
光管电压-光管电流	40kv-40mA	同左
散射防止板高度	4mm	无
狭缝	无	DS 1 度, SS1 度, RS0.3mm
单色器	有	同左
样品台 (stage)	标准样品台	同左
扫描范围	5~35 度	同左
扫描 step	0.02 度	同左
扫描速度	2 度/分	同左
积分时间	0.6 秒/步 (step)	同左

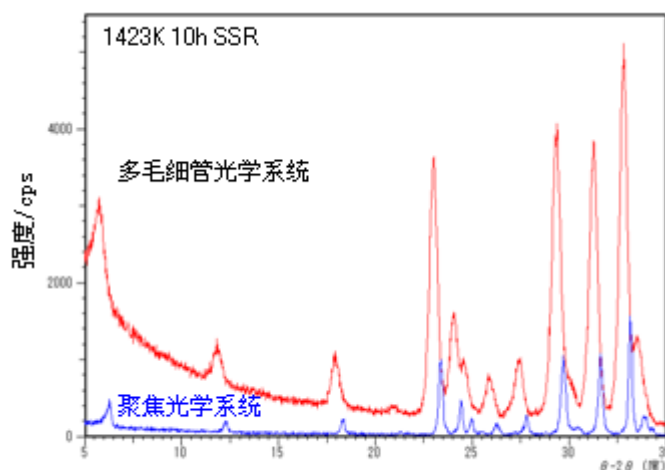


Fig.3 多毛细管光学系统和聚焦光学系统下的衍射谱图

Fig.3 是分别在多毛细管光学系统和聚焦光学系统 (通常方法) 下，对 $\text{KCa}_2\text{Nb}_3\text{O}_{10}$ 粉末样品测试得到的结果。 $\text{KCa}_2\text{Nb}_3\text{O}_{10}$ 粉末样品是在 1423K 10h、SSR (Solid State Reaction method / 固态反应法) 烧制条件下，合成的粉末样品。多毛细管光学系统下测得的强度比一般光学系统的高 3 倍，同时对于不规则的样品， 2θ 误差小。



岛津企业管理(中国)有限公司 大型分析仪器部

北京 北京市朝阳区朝外大街16号 中国人寿大厦14F 邮政编码 100020 电话 (010) 8525-2365 传真 (010) 8525-2327
 上海 上海市淮海西路570号 红坊G栋401-403 邮政编码 200052 电话 (021) 2201-3881 传真 (021) 2201-3800
 广州 广州市流花路109号之9 达宝广场703-706 室 邮政编码 510010 电话 (020) 8710-8619 传真 (020) 8710-8698

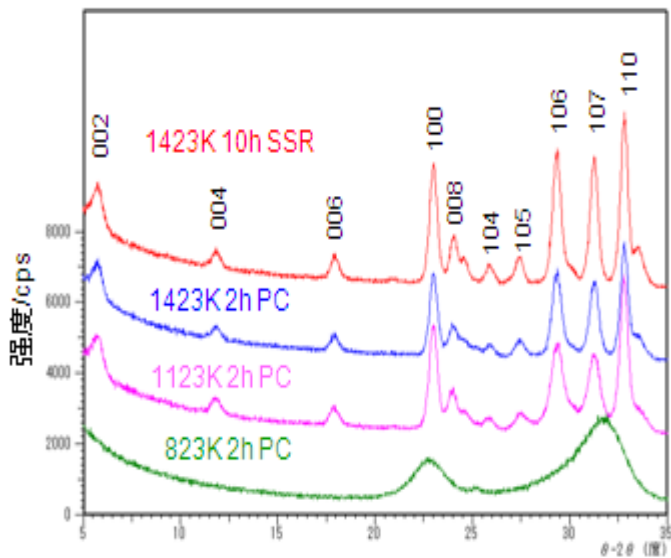


Fig.4 各样品的衍射谱图(多毛细管光学系统)

Fig.4 是在多毛细管光学系统下,对具有4种不同合成条件的 $\text{KCa}_2\text{Nb}_3\text{O}_{10}$ 粉末样品进行测试的结果。可以看到,在 823K 条件下合成的样品之峰的宽化与另外三种条件下合成样品之峰的宽化相比,该样品的峰的宽化有很大的不同,可看到其结晶性能低。根据 1123K 2h PC (Polymerized Complex method/络合反应法)与 1423K 2h PC 的测试结果,看到烧制温度变高时,峰的半峰宽变小,随着烧制温度上升,结晶性能变好。进而,还可看到 1423K 2h PC 与 1423K 10h SSR 之间的半峰宽的差,根据合成条件的不同,可确认其对结晶性能的影响。



岛津企业管理(中国)有限公司 大型分析仪器部

北京	北京市朝阳区朝外大街16号 中国人寿大厦14F	邮政编码 100020	电话 (010) 8525-2365	传真 (010) 8525-2327
上海	上海市淮海西路570号 红坊G栋401-403	邮政编码 200052	电话 (021) 2201-3881	传真 (021) 2201-3800
广州	广州市流花路109号之9 达宝广场703-706 室	邮政编码 510010	电话 (020) 8710-8619	传真 (020) 8710-8698