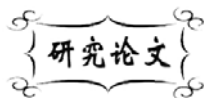


中图分类号: TB34
文献标识码: A

文献编号: 1005-1198 (2016) 03-0205-07
DOI: 10.16253/j.cnki.37-1226/tq.2016.02.007



$\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ 氧离子导体的显微结构与 氧离子导电性能

余 琪, 张 枫, 徐 庆, 黄端平

武汉理工大学 材料科学与工程学院, 武汉 430070

摘 要: 采用固相反应法和柠檬酸-EDTA 法制备了具有单一 Aurivillius 结构的 $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ 陶瓷样品, 采用扫描电镜研究了陶瓷样品的显微结构, 采用交流阻抗谱法研究了陶瓷样品在升/降温循环过程中的氧离子导电性能。结果表明, 陶瓷样品的显微结构对升/降温循环过程中的氧离子导电行为有显著的影响。与采用固相反应法制备的大晶粒陶瓷样品相比, 采用柠檬酸-EDTA 法制备的陶瓷样品具有晶粒细小均匀的显微结构, 能够有效抑制在升/降温循环过程中陶瓷样品氧离子总电导率的热滞现象。

关键词: $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$; 显微结构; 氧离子导电性能; 热滞行为

$\text{Bi}_2\text{VO}_{5.5-\delta}$ 材料具有由 $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$ 四面体和 $[\text{VO}_{3.5}\square_{0.5}]^{2-}$ (\square 代表氧空位) 八面体沿 c 轴方向交替排列形成的 Aurivillius 结构。由于在 $[\text{VO}_{3.5}\square_{0.5}]^{2-}$ 层中存在着大量的氧空位, $\text{Bi}_2\text{VO}_{5.5-\delta}$ 在平行于 $[\text{VO}_{3.5}\square_{0.5}]^{2-}$ 层的方向上产生很高的氧离子电导^[1]。在 $\text{Bi}_2\text{VO}_{5.5-\delta}$ 的熔点 (870°C) 以下, $\text{Bi}_2\text{VO}_{5.5-\delta}$ 具有一系列复杂的结构相变, 分别存在低温 ($< 430^\circ\text{C}$) 单斜 α 相、中温 ($430^\circ\text{C} \sim 570^\circ\text{C}$) 正交 β 相和高温 ($> 570^\circ\text{C}$) 四方 γ 相。其中, 高温稳定型的四方 γ 相具有高的氧离子电导率和低的导电活化能^[1,2]。采用异质金属离子 Cu、Co、Ni、Zn、Mg、Zr 等部分取代 $\text{Bi}_2\text{VO}_{5.5-\delta}$ 中的 V 离子形成的 $\text{Bi}_2\text{Me}_x\text{V}_{1-x}\text{O}_{5.35-\delta}$ 体系 (BIMEVOX) 固溶体, 可以在室温下获得高电导率的 γ 相。BIMEVOX 是一类新型的中低温氧离子导体材料, 其氧离子电导率在 300°C 下可以达到 10^{-3} S/cm 的水平, 在 600°C 下可以达到 10^{-1} S/cm 的水平。优异的中低温氧离子导电性能使得 BIMEVOX 在氧分离膜、氧泵、电化学传感器等方面有着非常广泛的应用前景^[3-6]。其中, 采用 Cu^{2+} 为取代离子的 $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ 尤为引人关注^[4,5]。

收稿日期: 2016-01-29

收到修改稿日期: 2016-02-26

基金项目: 国家自然科学基金 (51572204); 武汉市科技局国际合作项目 (2014030709020315)。

第一作者: 余 琪 (1991-), 女, 湖北黄冈人, 硕士研究生。E-mail: 1299135448@qq.com。

通讯作者: 张 枫 (1972-), 女, 湖北武汉人, 博士, 副教授。E-mail: zhangfwhut@whut.edu.cn。

BIMEVOX 体系氧离子导电性能的热稳定性对其实际应用有着重要的影响。在升/降温循环中, BIMEVOX 体系的氧离子导电性能存在热滞现象, 即在相同温度下, 升温过程中的氧离子电导率比降温过程中的氧离子电导率低^[3], 这会对 BIMEVOX 体系在氧分离膜等方面的应用带来不利影响。有研究表明^[7,8], 减小 BIMEVOX 体系陶瓷样品的晶粒粒度有可能抑制其氧离子导电性能在升/降温循环中的热滞程度。

本论文分别采用常规固相法和柠檬酸-乙二胺四乙酸 (ethylenediamine tetraacetic acid, EDTA) 法制备了 $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ 陶瓷样品, 研究了显微结构对其氧离子导电性能及热稳定性的影响。

1 实 验

分别采用常规固相法和柠檬酸-EDTA 法^[8-10]制备了 $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ 的合成粉体。其中, 常规固相法的合成工艺见文献^[3-6], 其合成条件为在 650°C 下保温 12 h。

柠檬酸-EDTA 合成法使用的主要原料包括: 硝酸铋 $[\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$ (分析纯, 含量 $\geq 99.0\%$, 天津市福成化学试剂厂)、柠檬酸 ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) (分析纯, 含量 $\geq 99.5\%$, 上海实验试剂有限公司)、EDTA ($\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_8$) (分析纯, 含量 $\geq 99.5\%$, 国药集团化学试剂有限公司)、钒酸铵 (NH_4VO_3) (分析纯, 含量 $\geq 99.0\%$, 国药集团化学试剂有限公司) 和硝酸铜 $[\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$ (分析纯, 含量 $\geq 99.0\%$, 国药集团化学试剂有限公司)。

柠檬酸-EDTA 法合成工艺的具体步骤为: 先将 $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 与 EDTA 按 Bi^{3+} 与 EDTA 的摩尔比为 1:1 的比例混合, 在去离子水中加热搅拌得到澄清透明的溶液; 再按柠檬酸与金属离子 (钒、铜) 的摩尔比 4:1 的比例将 NH_4VO_3 、 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 与柠檬酸混合, 加入适量的去离子水后加热搅拌得到澄清透明的溶液。将两种溶液混合, 滴入氨水调节 pH 值, 得到澄清透明前驱体溶液。前驱体溶液经蒸发、浓缩、焦化后得到初级粉体。初级粉体经 420°C 热处理 1 h 后得到合成粉体。

图 1 为不同合成工艺制备的 $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ 粉体的 XRD 图谱。可以看出, 采用这两种方法制备的合成粉体均具有单一的 Aurivillius 相。

将不同工艺制备的合成粉体分别压制成片状样品。对于固相法合成的粉体, 其片状坯体在 780°C 下空气中烧结 4 h; 对于柠檬酸-EDTA 法合成的粉体, 其片状坯体在 620°C 下空气中烧结 2 h。

采用日本电子株式会社的 JSM-5610LV 型扫描电子显微镜 (SEM) 观察合成粉体和陶瓷样品的显微结构; 采用计算机图像分析方法计算陶瓷样品的晶粒粒度分布。

陶瓷样品经磨平抛光后, 采用阿基米德法测量其表观密度并计算得到相对密度。

采用常规固相法制备的陶瓷样品尺寸为 $\phi 12.16 \text{ mm} \times 2.08 \text{ mm}$, 采用柠檬酸-EDTA 法所制备的陶瓷样品尺寸为 $\phi 12.16 \text{ mm} \times 1.96 \text{ mm}$ 。陶瓷样品表面涂覆 Pt 电极后, 采用常州同惠电子有限公司的 TH2818 型自动元件阻抗分析仪上进行了交流阻抗谱测试。交流阻抗谱测试在空气气氛中进行, 测试频率范围为 20 Hz ~ 1 MHz, 测试的温度范围为 $200^\circ\text{C} \sim 600^\circ\text{C}$, 以每 20°C 作为间隔单元, 升温速率为 $2^\circ\text{C}/\text{min}$, 在每一温度点保温 20 min, 然后测试陶瓷样品对不同测

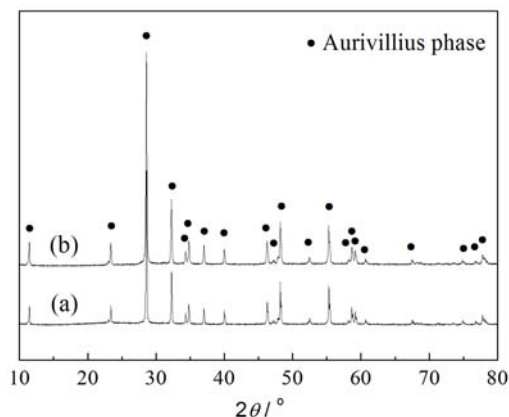


图 1 不同工艺制备的 $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ 粉体的 XRD 图谱: (a) 常规固相法; (b) 柠檬酸-EDTA 法

Figure 1 XRD pattern of the $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ powders prepared by (a) conventional solid state method and (b) citrate-EDTA method

试频率的阻抗响应。

采用 Zview 软件进行交流阻抗谱测试数据的分析, 并结合样品的几何尺寸, 计算得到样品的氧离子总电导率。

2 结果与讨论

图 2 为不同合成工艺制备的 $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ 粉体的 SEM 照片。常规固相法合成粉体的颗粒大小为 $2\ \mu\text{m} \sim 4\ \mu\text{m}$, 柠檬酸-EDTA 法合成粉体的颗粒大小为 $50\ \text{nm} \sim 100\ \text{nm}$ 。在现有文献^[3-6]报道中, BIMEVOX 体系的制备主要采用常规固相法。为获得具有单一 Aurivillius 结构的纯相产物, 通常需要长时间的固相反应过程。与之相比, 采用柠檬酸-EDTA 法合成 $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ 粉体, 合成反应所需的时间大幅度缩短, 且合成温度可降低 230°C , 所制备的粉体颗粒细小均匀, 这有利于制备晶粒细小均匀的陶瓷样品。

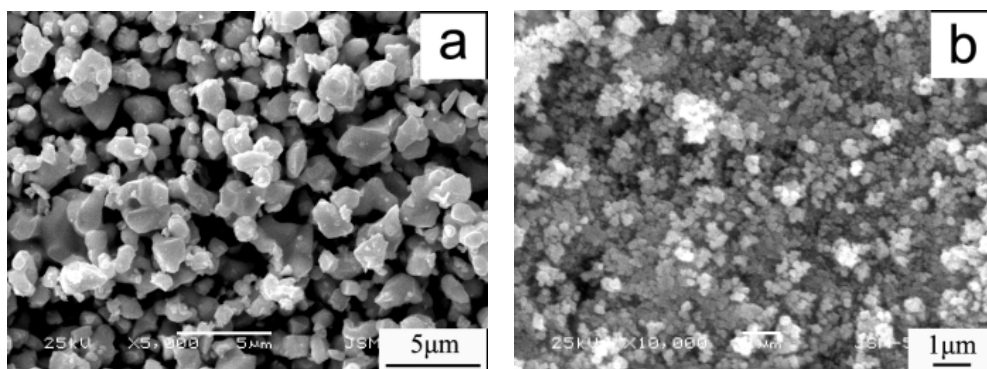


图 2 合成粉体的 SEM 照片: (a) 固相反应法合成; (b) 柠檬酸-EDTA 法合成

Figure 2 SEM images of the powders synthesized by (a) the conventional solid state reaction method and (b) citrate-EDTA method

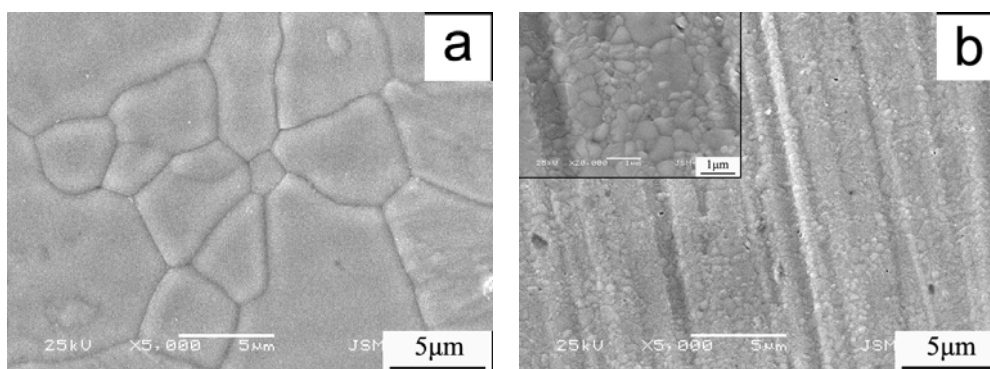


图 3 不同方法制备 $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ 陶瓷样品的 SEM 照片: (a) 固相反应法; (b) 柠檬酸-EDTA 法

Figure 3 SEM images of $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ ceramics made from the powders synthesized by (a) the conventional solid state reaction method and (b) citrate-EDTA method

图 3 为采用不同合成粉体所制备的 $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ 陶瓷样品的 SEM 照片。可以看出, 采用两种不同合成粉体所制备的陶瓷样品均具有致密的显微结构。阿基米德法测试结果显示, 采用常规固相法制备的陶瓷样品的相对密度达到 93%, 采用柠檬酸-EDTA 法所制备的陶瓷样品的相对密度达到 92%。此外还可以注意到, 采用两种不同方法所制备陶瓷样品的晶粒大小明显不同。图 4 为采用不

同合成粉体所制备的 Bi₂Cu_{0.1}V_{0.9}O_{5.35-δ} 陶瓷样品的晶粒粒度分布。结合图 3 和图 4 可以看出, 这两种陶瓷样品晶粒粒度均满足正态分布。其中, 采用固相法制备的陶瓷样品的平均晶粒粒度为大约 10 μm, 采用柠檬酸-EDTA 法制备陶瓷样品的平均晶粒粒度为大约 0.5 μm。与采用常规固相法制备的陶瓷样品相比, 采用柠檬酸-EDTA 法所制备的陶瓷样品具有晶粒细小均匀的显微结构, 这可归因于柠檬酸-EDTA 法合成粉体均匀细小的颗粒形态和陶瓷样品较低的烧结温度。

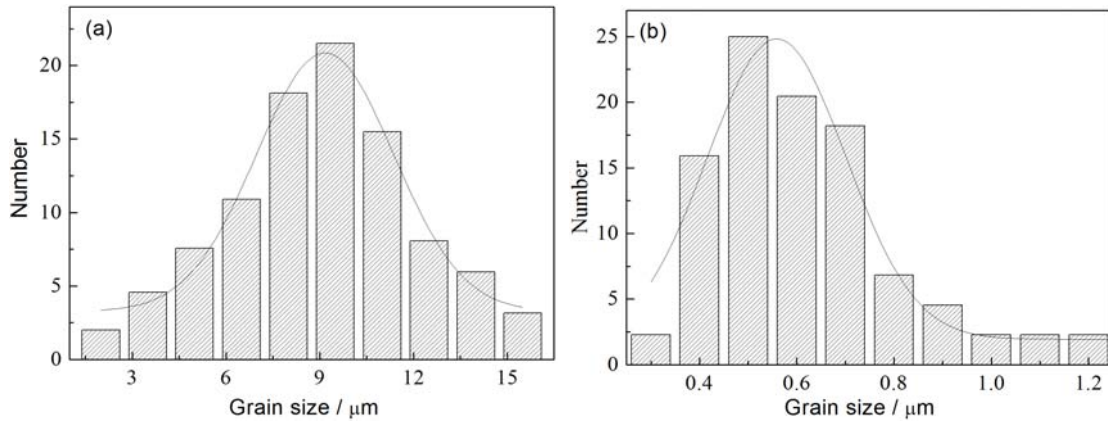


图 4 不同方法制备 Bi₂Cu_{0.1}V_{0.9}O_{5.35-δ} 陶瓷样品的晶粒粒度分布: (a) 固相反应法; (b) 柠檬酸-EDTA 法
Figure 4 Grain size distributions of Bi₂Cu_{0.1}V_{0.9}O_{5.35-δ} ceramics made from the powders synthesized by (a) the conventional solid state reaction method and (b) citrate-EDTA method

图 5 为测试温度为 160°C 时固相法制备 Bi₂Cu_{0.1}V_{0.9}O_{5.35-δ} 陶瓷样品的交流阻抗谱。图中 R_{gb}, R_g 和 R_e 分别代表晶粒的等效电阻、晶界的等效电阻和电极-电解质界面的等效电阻^[11], 陶瓷样品总的等效电阻 R_t 可由式 (1) 得到:

$$R_t = R_g + R_{gb} \tag{1}$$

结合陶瓷样品的厚度 (d) 和电极的面积 (S), 其氧离子总电导率可以由式 (2) 求出:

$$\sigma = \frac{1}{R_t} \times \frac{d}{S} \tag{2}$$

陶瓷样品的氧离子总电导率 σ 与温度 T 的关系可以用式 (3) 进行描述:

$$\sigma = \sigma_0 \exp\left(-\frac{E_a}{KT}\right) \tag{3}$$

其中, K = 0.86 × 10⁻⁴ eV·k⁻¹ 为玻尔兹曼常数, σ₀ 为指前因子, E_a 为导电活化能 (eV), T 为绝对温度 (K)。

图 6 为不同方法制备的 Bi₂Cu_{0.1}V_{0.9}O_{5.35-δ} 陶瓷样品的氧离子总电导率随温度的变化关系曲线 (Arrhenius 曲线), 其氧离子总电导率数据均在升温过程中测试得到。可以看到, Arrhenius 关系曲线呈现为高温区和低温区的两段近似直线, 表明高温段和低温段的氧离子导电活化能不

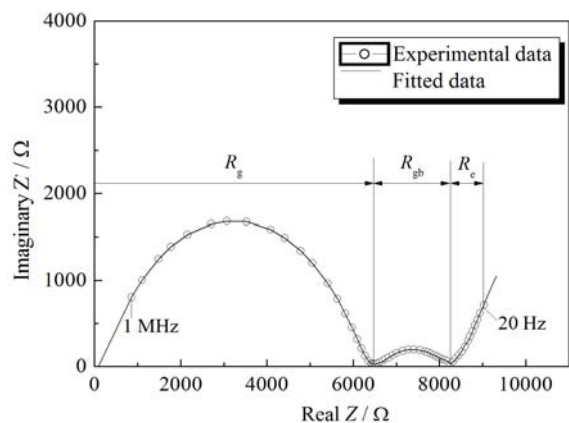


图 5 固相法制备的 Bi₂Cu_{0.1}V_{0.9}O_{5.35-δ} 陶瓷样品 160°C 下的交流阻抗谱

Figure 5 Alternating current (AC) impedance spectra measured at 160°C for Bi₂Cu_{0.1}V_{0.9}O_{5.35-δ} ceramic specimen prepared by solid state reaction method

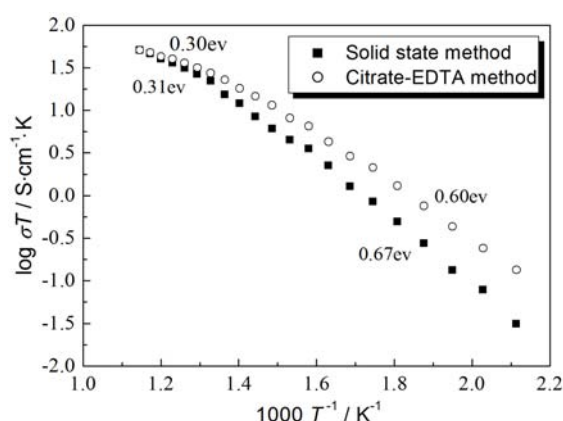


图 6 不同方法制备 $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ 陶瓷样品的氧离子电导率 Arrhenius 关系曲线

Figure 6 Arrhenius plots of oxygen-ion conductivity for $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ ceramics prepared by different methods

(200°C ~ 440°C), 采用柠檬酸-EDTA 法制备的陶瓷样品具有较高的氧离子总电导率。这与在 $\text{Bi}_2\text{Mn}_x\text{V}_{1-x}\text{O}_{5.5-x/2}$ 体系中观察到的现象相类似^[14]。

图 7 为不同方法制备 $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ 陶瓷样品在升/降温循环过程中氧离子总电导率的 Arrhenius 关系曲线。可以看到, 采用常规固相法制备的陶瓷样品的氧离子导电行为存在明显的热滞

表 1 不同方法制备 $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ 陶瓷样品的氧离子导电性能参数

Table 1 Characteristic parameters of oxygen-ion conducting properties for $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ ceramics prepared by different methods

Preparation method	$\sigma_T / \text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$		E_a / eV	
	$T = 300^\circ\text{C}$	$T = 600^\circ\text{C}$	$T < 340^\circ\text{C}$	$T > 420^\circ\text{C}$
Solid sate method	1.48×10^{-3}	7.08×10^{-2}	0.67	0.31
Citrate-EDTA method	1.74×10^{-3}	7.06×10^{-2}	0.60	0.30

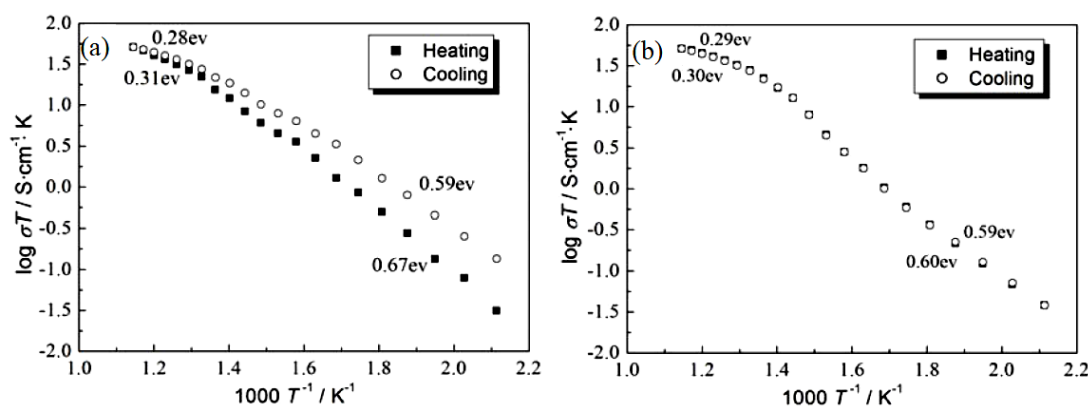


图 7 不同方法制备 $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ 陶瓷样品在升/降温循环过程中的氧离子导电行为: (a) 固相反应法; (b) 柠檬酸-EDTA 法

Fig. 7 Arrhenius plots of oxygen-ion conductivity in heating/cooling cycle for $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ ceramics prepared by (a) the conventional solid state reaction method and (b) citrate-EDTA method

同。对 Arrhenius 关系曲线中的直线段进行拟合, 即得到陶瓷样品在该温度段的导电活化能。

在已有相关研究中, 通常采用在 300°C 和 600°C 时的氧离子总电导率 σ 作为重要指标来评价 BIMEVOX 体系在低温段和高温段氧离子总电导率的高低^[12,13]。表 1 为采用不同方法制备的 $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ 陶瓷样品氧离子导电性能的特征参数。由表 1 可以看出, 采用不同方法制备的陶瓷样品在 600°C 时的氧离子总电导率基本相同 ($7.08 \times 10^{-2} \text{ S/cm}$ 和 $7.06 \times 10^{-2} \text{ S/cm}$), 其在 300°C 时的氧离子总电导率则存在一定的差异 ($1.48 \times 10^{-3} \text{ S/cm}$ 和 $1.74 \times 10^{-3} \text{ S/cm}$)。结合图 6 中的 Arrhenius 曲线和表 1 中数据可知: 在高温段 (480°C ~ 600°C), 采用不同方法制备的陶瓷样品的氧离子总电导率大体一致; 在低温段

现象, 采用柠檬酸-EDTA 法制备陶瓷样品的氧离子总电导率则无明显的热滞行为, 其在升/降温循环过程中氧离子总电导率基本保持一致。以上结果证实, 形成晶粒细小均匀的显微结构可以抑制升/降温循环过程中的氧离子总电导率的热滞行为, 其可能原因是细小均匀的显微结构增强了晶粒之间的应力作用^[15]。这与 Hervoche 等人在 $\text{Bi}_2\text{Co}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ 中观察到的现象相类似^[8]。

3 结 论

分别采用固相反应法和柠檬酸-EDTA 法制备出 $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ 陶瓷样品, 两种不同方法制备的陶瓷样品均具有致密的显微结构, 其晶粒粒度大小存在显著差异。在高温段 ($480^\circ\text{C} \sim 600^\circ\text{C}$), 采用不同方法制备的陶瓷样品的氧离子总电导率大体一致; 在低温段 ($200^\circ\text{C} \sim 440^\circ\text{C}$), 采用柠檬酸-EDTA 法制备的陶瓷样品具有较高的氧离子总电导率。与采用常规固相反应法制备的大晶粒陶瓷样品相比, 采用柠檬酸-EDTA 法制备的陶瓷样品具有晶粒细小均匀的显微结构, 能够有效抑制在升/降温循环过程中陶瓷样品氧离子总电导率的热滞现象。

参考文献

- [1] SKINNER SJ, KINNER JA. Oxygen ion conductors [J]. *Materials Today*, 2003, 6 (3): 30-37.
- [2] TANINOUCI YK, UDA T, ICHITSUBO T, et al. High oxide-ion conductivity of monovalent-metal-doped bismuth vanadate at intermediate temperatures [J]. *Solid State Ionics*, 2010, 181: 719-723.
- [3] PIROVANO C, STEIL MC, CAPOEN E, et al. Impedance study of the microstructure dependence of the electrical properties of BIMEVOXes [J]. *Solid State Ionics*, 2005, 176: 2079-2083.
- [4] BACEWICZ R, KUREK P. Raman scattering in BIMEVOX (ME=Mg, Ni, Cu, Zn) single crystals [J]. *Solid State Ionics*, 2000, 127: 151-156.
- [5] ABRAHAMS I, KROK F. A model for the mechanism of low temperature ionic conduction in divalent-substituted γ -BIMEVOXes [J]. *Solid State Ionics*, 2003, 157: 139-145.
- [6] KROK F, ABRAHAMS I, WROBEL W, et al. Phase stability, structure and electrical conductivity in the system $\text{Bi}_2\text{Zr}_x\text{V}_{1-x}\text{O}_{5.5-x/2-\delta}$ [J]. *Solid State Ionics*, 2002, 154: 511-516.
- [7] STEIL MC, FOULETIER J, KLEITZ M, et al. BICOVOX: Sintering and grain size dependence of the electrical properties [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 1999, 19 (6-7): 815-818.
- [8] HERVOCHES CH, STEIL MC, MUCCILLO R. Synthesis by the polymeric precursor technique of $\text{Bi}_2\text{Co}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35}$ and electrical properties dependence on the crystallite size [J]. *Solid State Sciences*, 2004, 6 (2): 173-177.
- [9] ZHANG F, XU Q, HUANG DP, et al. Sintering and oxygen ionic conducting properties of $\text{Bi}_2\text{Co}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.5-\delta}$ derived from an EDTA-Citrate Precursor [J]. *Solid State Phenomena*, 2007, 124-126: 731-734.
- [10] ZHANG F, XU KQ, XU Q, et al. Synthesis, sintering and oxygen ionic conducting properties of $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ [C] // CHOWDARI BVR, CAREEN MA, DISSANAYAKE MAKI, et al. *Proceedings of the 10th Asian Conference on Solid State Ionics*. Singapore: World Scientific Publishing Co., 2006: 236-243.
- [11] 张枫, 徐庆, 黄端平, 等. $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1-x}\text{W}_x\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ 的结构和氧离子导电性能 [J]. *硅酸盐学报*, 2007, 35: 1157-1162.
- [12] DYGAS JR, KUREK P, BREITER MW. Structure-dependent impedance of BICUVOX [J]. *Electrochimica Acta*, 1995, 40 (10): 1545-1550.
- [13] ABRAHAMS I, KROK F, NELSTROP JAG. Defect structure of quenched γ -BICOVOX by combined X-Ray and neutron powder diffraction [J]. *Solid State Ionics*, 1996, 90: 57-65.
- [14] AL-ALAS A, BEG S, AL-AREQI NAS, et al. Influence of microwave-assisted calcination on structural

properties and oxide-ion performance of layered-perovskite γ -BIMNVOX solid electrolyte synthesized by ethylene glycol-citrate sol-gel route [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2013, 33: 2111–2117.

- [15] 张枫. $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1-x}\text{W}_x\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ 体系的化学法合成制备与中低温氧离子导电性能研究 [D]. 武汉: 武汉理工大学博士学位论文, 2014.

※ ※

Microstructure and Oxygen Ionic Conductivity of $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$

YU Qi, ZHANG Feng, XU Qing, HUANG Duan-Ping

*School of Materials Science and Engineering, Wuhan University of Technology,
Wuhan 430070, China*

Abstract: $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$ ceramics with a pure Aurivillius phase were produced by the conventional solid-state reaction method and a citrate-EDTA method, respectively. The microstructure of the ceramic specimens was checked by scanning electron microscopy (SEM) and the oxygen-ion conductivity in a heating/cooling cycle was inspected by alternating current (AC) impedance spectroscopy. The results indicate a significant role of the microstructure in determining the oxygen-ion conductivity in heating/cooling cycle. Compared with the coarse-grained specimens prepared by the solid-state reaction method, the ceramic specimens derived from the citrate-EDTA method showed a fine-grained microstructure and a fairly good consistence in oxygen-ion conductivity in heating/cooling cycle without a remarkable hysteresis.

Key words: $\text{Bi}_2\text{Cu}_{0.1}\text{V}_{0.9}\text{O}_{5.35-\delta}$; Microstructure; Oxygen ionic conductivity; Hysteresis behavior