

XRD 物相分析

图 1 是采用 NH_4HCO_3 作为沉淀剂，制备的前驱体于 1000°C 下煅烧获得的 Nd:YAG 纳米粉体的 XRD 图谱。

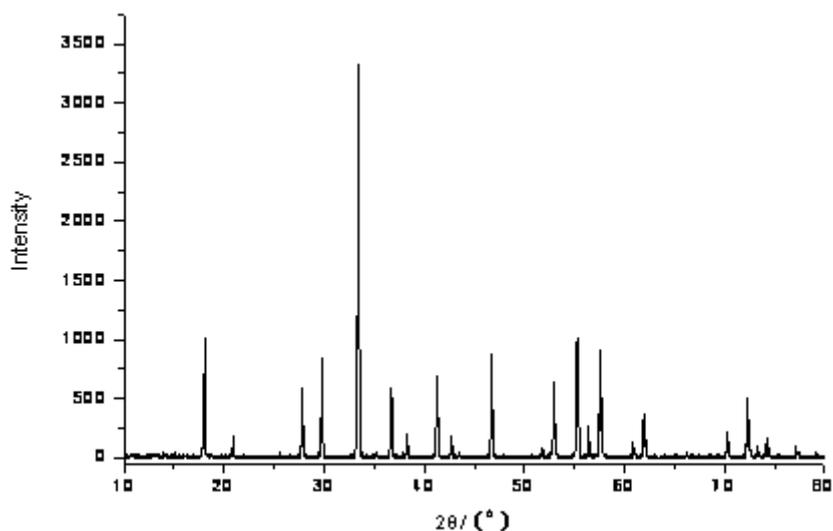


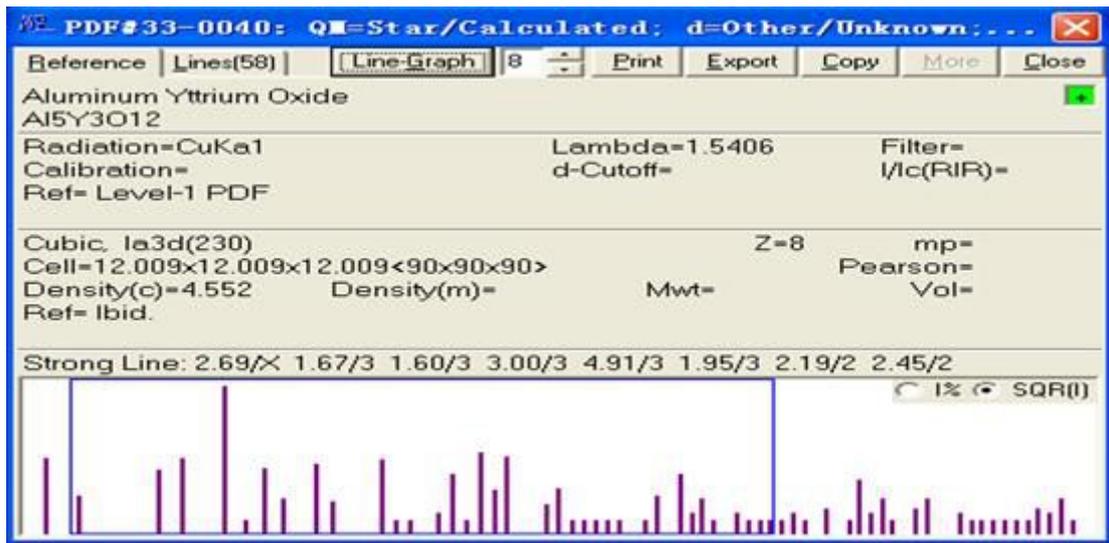
图 1 碳酸氢铵法 1000°C 煅烧获得的 Nd:YAG 纳米粉体的 XRD 图谱

测试条件：采用日本理学公司的 UltamIV 型 X 射线衍射仪，对不同温度煅烧后所得粉体进行 X 射线衍射 (XRD) 测试， $\text{CuK}\alpha 1$ 辐射， $\lambda = 0.15405\text{nm}$ ，X 射线管电压为 40kV ，管电流为 20mA ，扫描速率为 $4^\circ/\text{min}$ ，扫描范围 (2θ) $10^\circ \sim 80^\circ$ 。

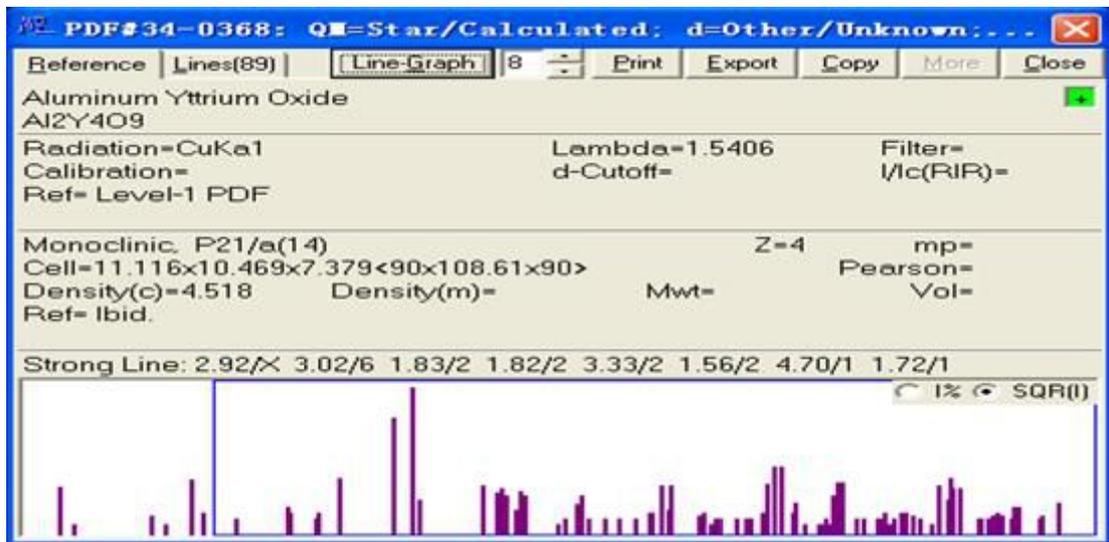
实验采用 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 、 Y_2O_3 、 Nd_2O_3 、 HNO_3 等为主要原料。首先用 HNO_3 溶解 Y_2O_3 、 Nd_2O_3 ，并配制成一定浓度的硝酸盐溶液，然后按石榴石 $\text{Nd}_x\text{Y}_{3-x}\text{Al}_5\text{O}_{12}$ (x 为 Nd^{3+} 的掺杂浓度) 的配比将铝盐、钇盐和钆盐溶液混合，采用反向滴定，将混合盐溶液以小于 $2\text{ml}/\text{min}$ 的滴定速度分别滴入 NH_4HCO_3 溶液中，边滴定边搅拌，滴定完成后继续搅拌、陈化 24 小时。将陈化好的悬浊液进行真空吸滤，将吸滤后的沉淀依次进行两次水洗、醇洗。将得到的前驱体沉淀物放入 90°C 的烘箱烘干，最后将干燥后的沉淀物于不同温度下热处理。

根据实验采用的原料分析：煅烧后获得的粉体中可能含有立方晶格的石榴石结构的 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ (YAG)、单斜晶系的 $\text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9$ (YAM)、具有斜方和六方点阵结构的 YA1O_3 (称为钇铝钙钛矿或 YAP)、 Y_2O_3 或 Al_2O_3 等 (如图 2)，采用 Jade 5.0 软件对 XRD 测试数据进行分析，并获得相应的物相分析报告。

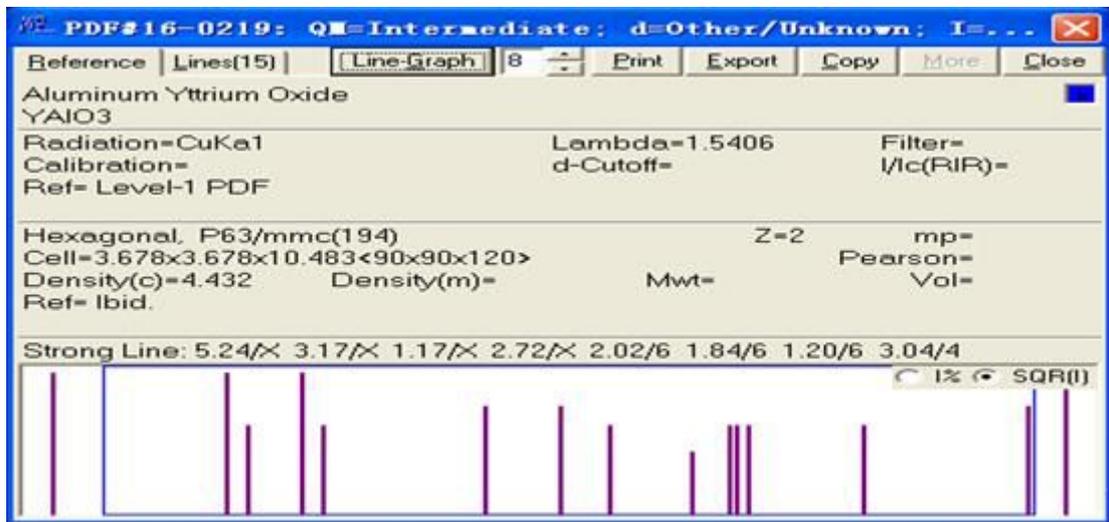
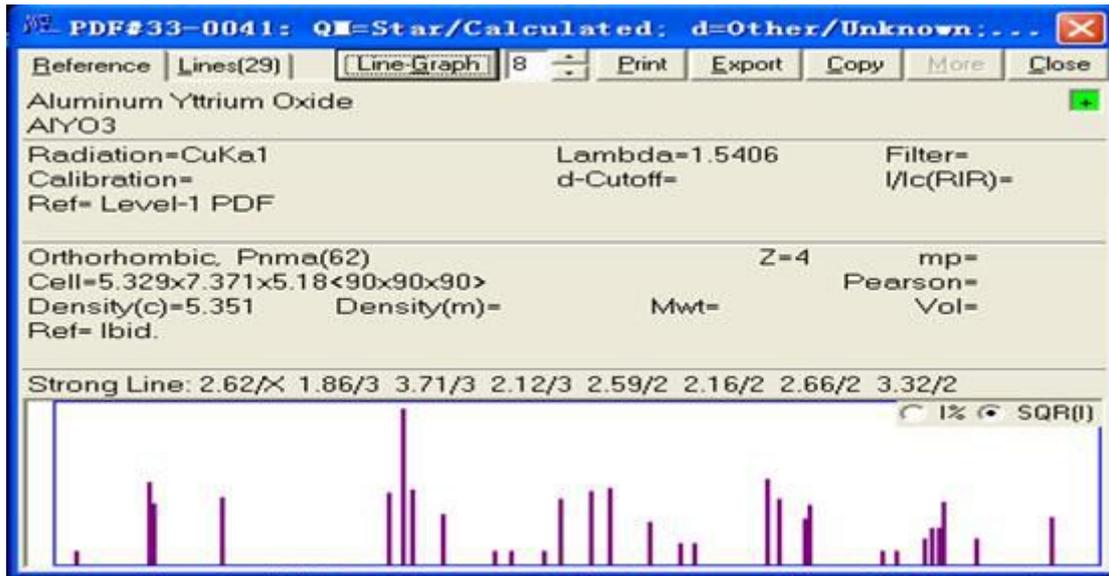
$\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ (YAG) PDF 卡：



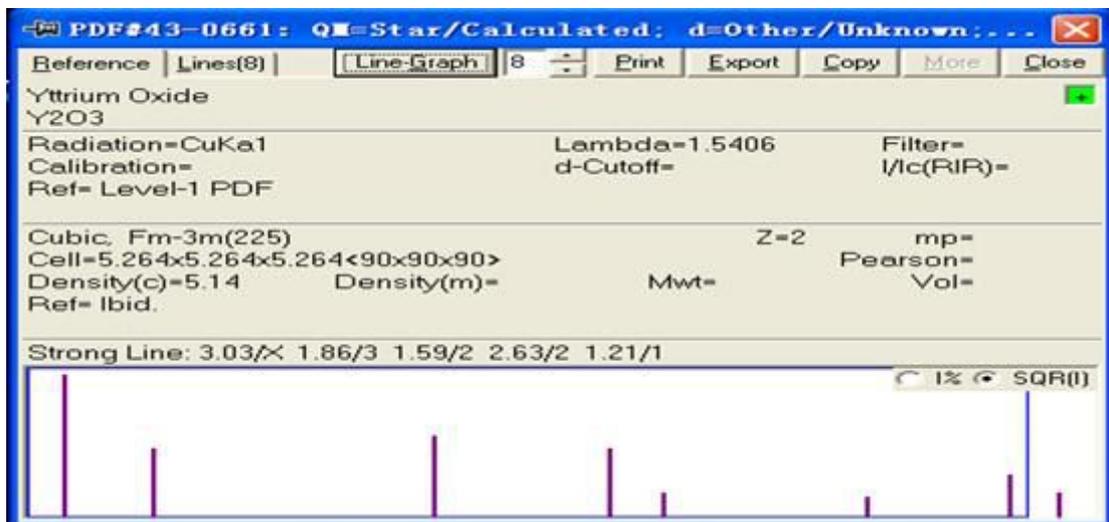
Y₃Al₅O₁₂ (YAM) PDF 卡:



YAl₂O₃ PDF 卡:



Y₂O₃PDF 卡:



Al₂O₃PDF 卡:

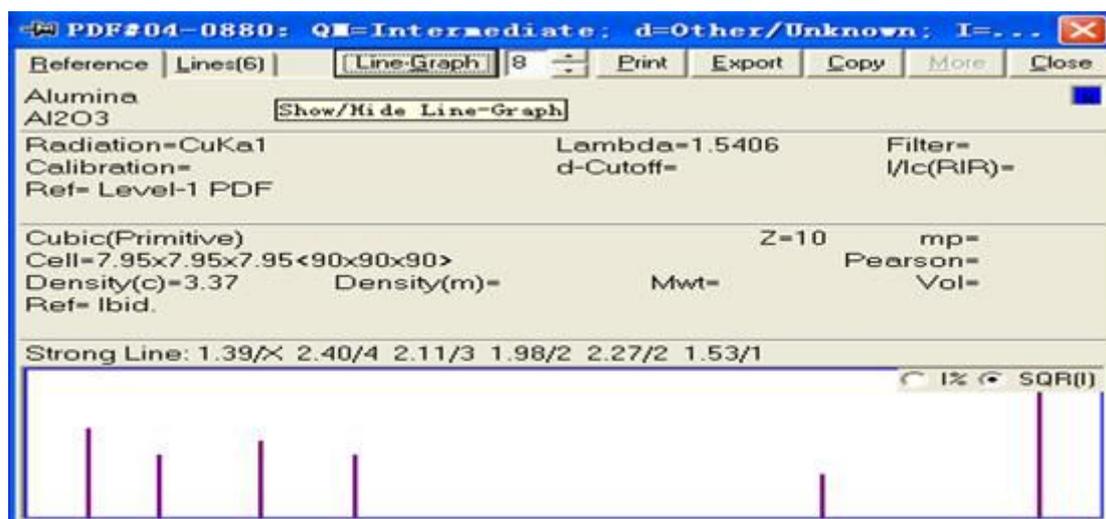
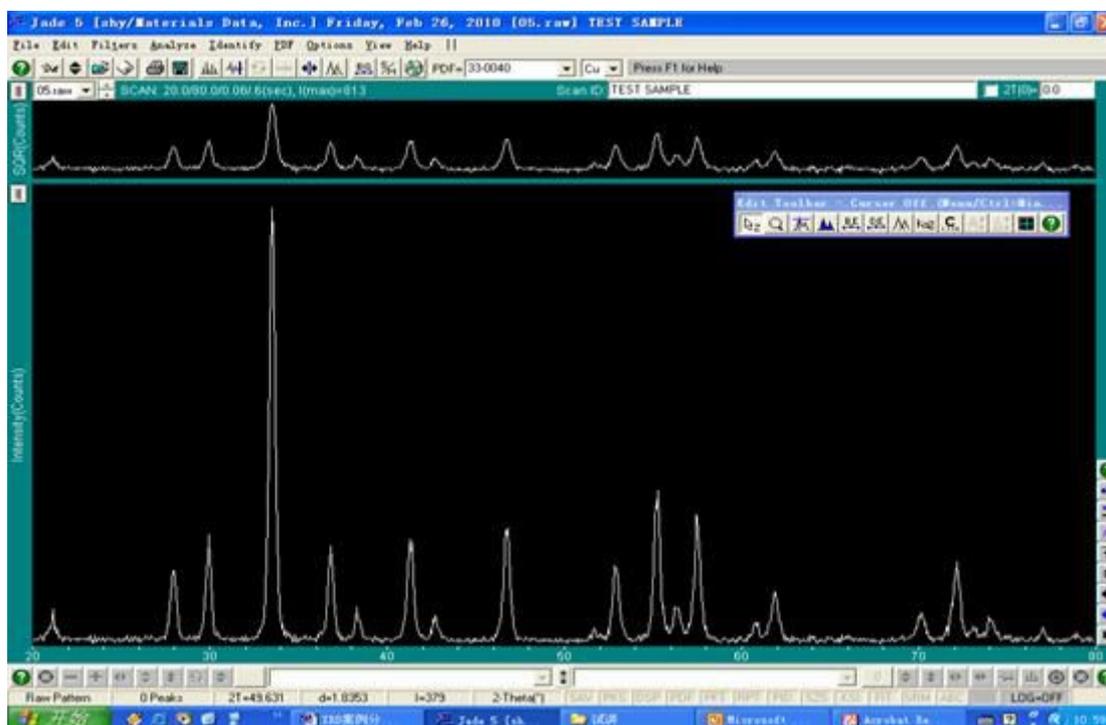


图2 可能含有的物相的PDF卡

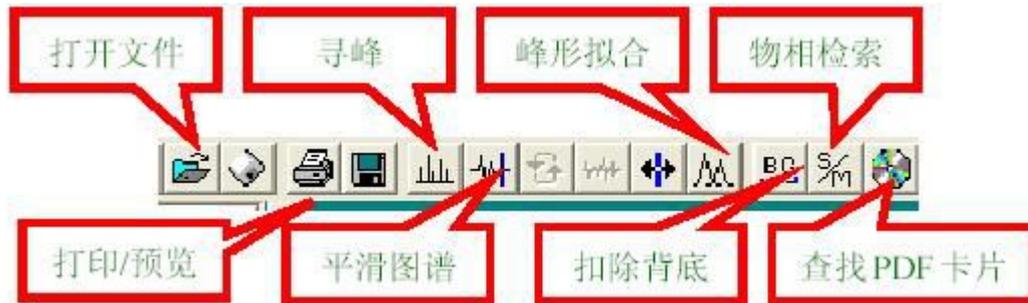
采用 Jade 5.0 软件进行物相分析，具体操作如下：

1. 在开始菜单或桌面上找到“MDI Jade”图标，双击，一个简单的启动页面过后，就进入到 Jade 5.0 的主窗口；



2. 了解工具栏中按钮及其作用；

常用工具栏：



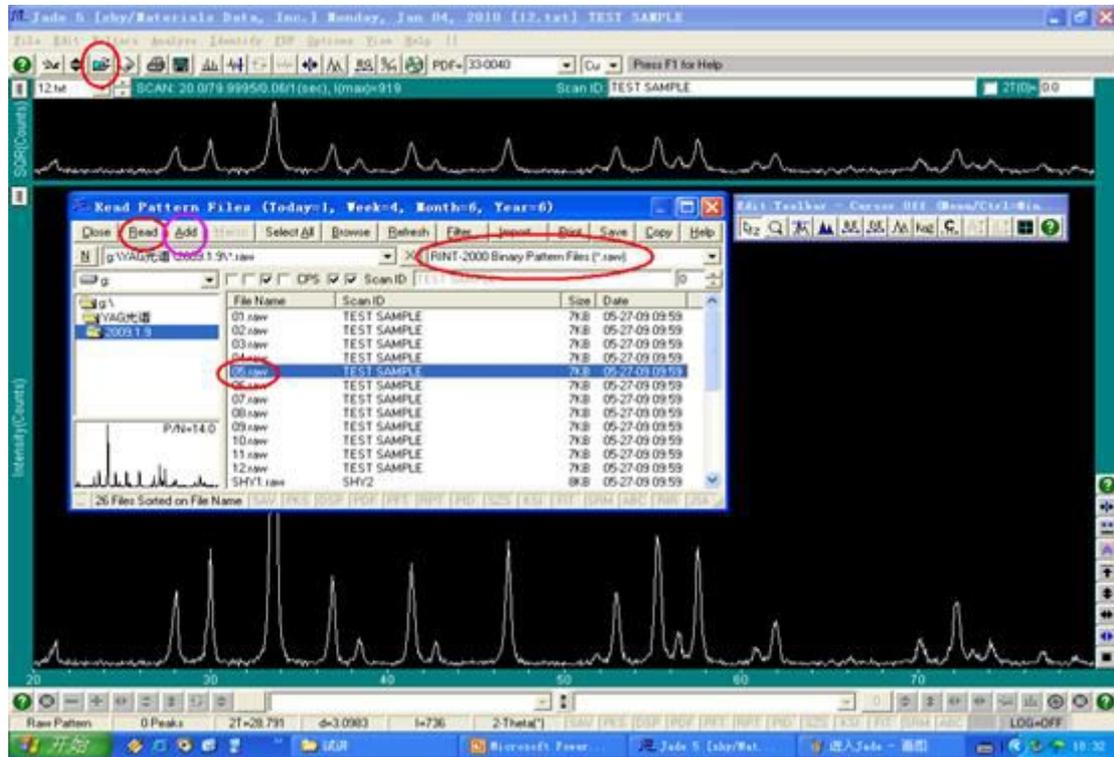
手动工具栏：



右下角工具栏：

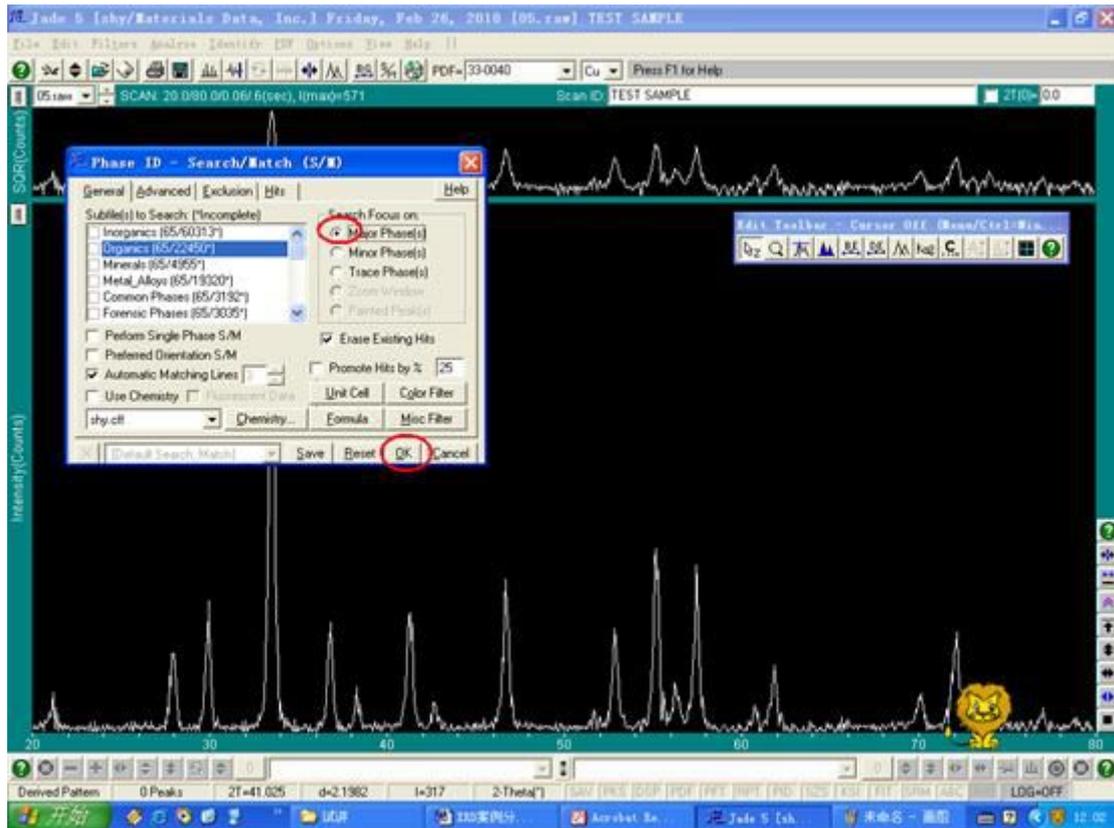


3. 选择菜单“File | Patterns...”或工具栏中的，打开一个读入文件的对话框。双击 05.raw 文件，文件被打开。这里需要注意，文件与测试仪器类型的格式应一致，否则不能读取测试数据；



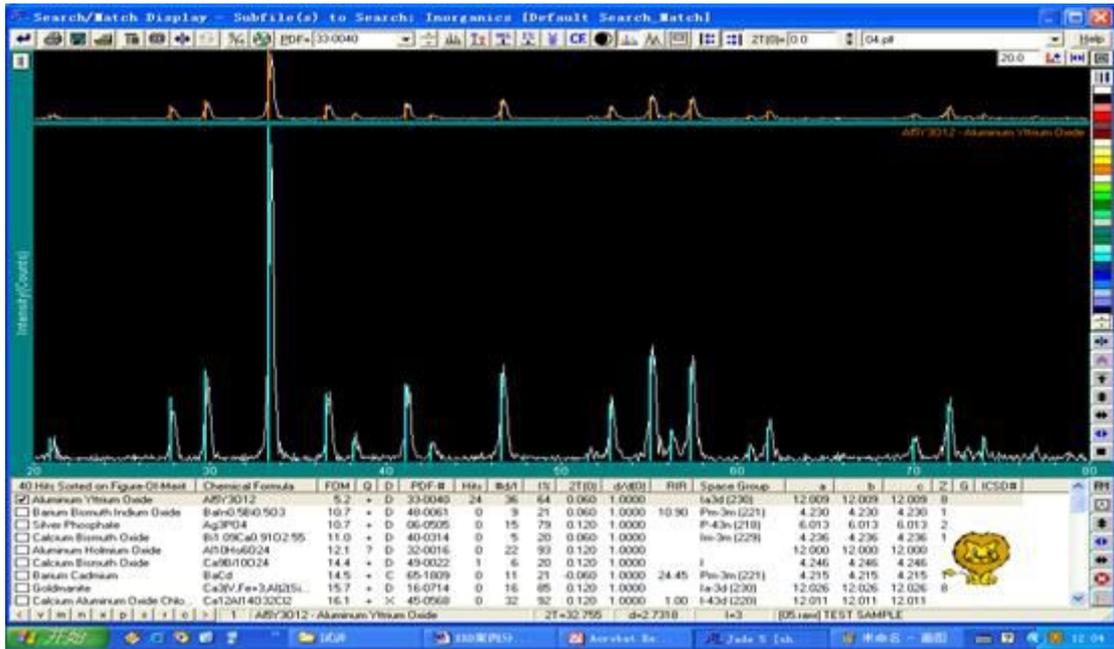
4. 物相检索，也就是“物相定性分析”。它的基本原理是基于以下三条原则：（1）任何一种物相都有其特征的衍射谱；（2）任何两种物相的衍射谱不可能完全相同；（3）多相样品的衍射峰是各物相的机械叠加。因此，通过实验测量或理论计算，建立一个“已知物相的卡片库”，将所测样品的图谱与 PDF 卡片库中的“标准卡片”一一对照，就能检索出样品中的全部物相。物相检索步骤包括：

（1）给出检索条件：包括检索子库（有机还是无机、矿物还是金属等等）、样品中可能存在的元素等；打开一个图谱，不作任何处理，鼠标右键点击“S/M”按钮，打开检索条件设置对话框，去掉“Use chemistry filter”选项的对号，同时选择多种 PDF 子库，检索对象选择为主相（S/M Focus on Major Phases）再点击“OK”按钮，进入“Search/Match Display”窗口。

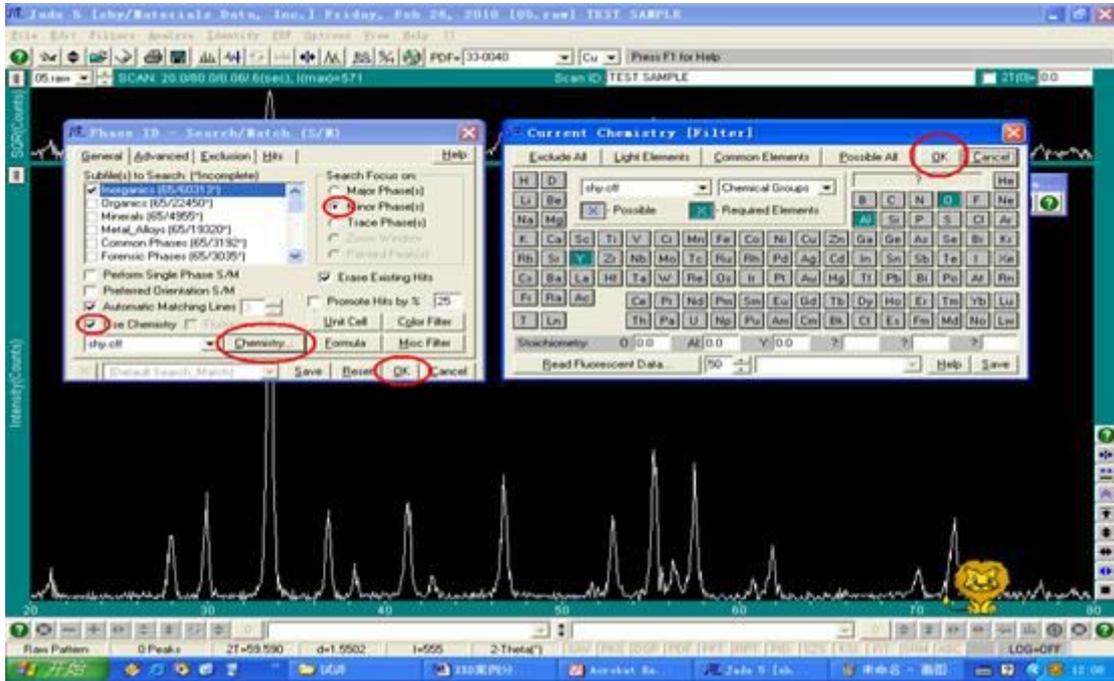


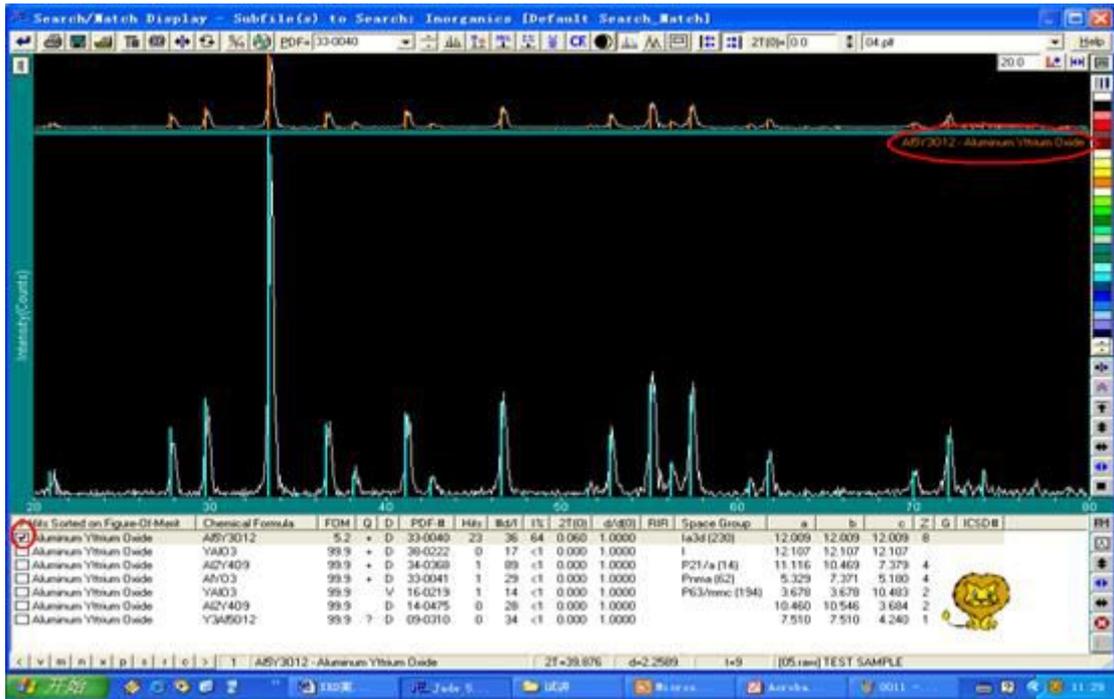
(2) “Search/Match Display”窗口分为三块，最上面是全谱显示窗口，可以观察全部PDF卡片的衍射线与测量谱的匹配情况，中间是放大窗口，可观察局部匹配的细节，通过右边的按钮可调整放大窗口的显示范围和放大比例，以便观察得更加清楚。窗口的最下面是检索列表，从上至下列出最可能的100种物相，一般按“FOM”由小到大的顺序排列，FOM是匹配率的倒数。数值越小，表示匹配性越高。

(3) 从列表中检索出一定存在的物相，并选中；物相检索完成后，关闭这个窗口返回到主窗口中。使用这种方式，一般可检测出主要的物相。



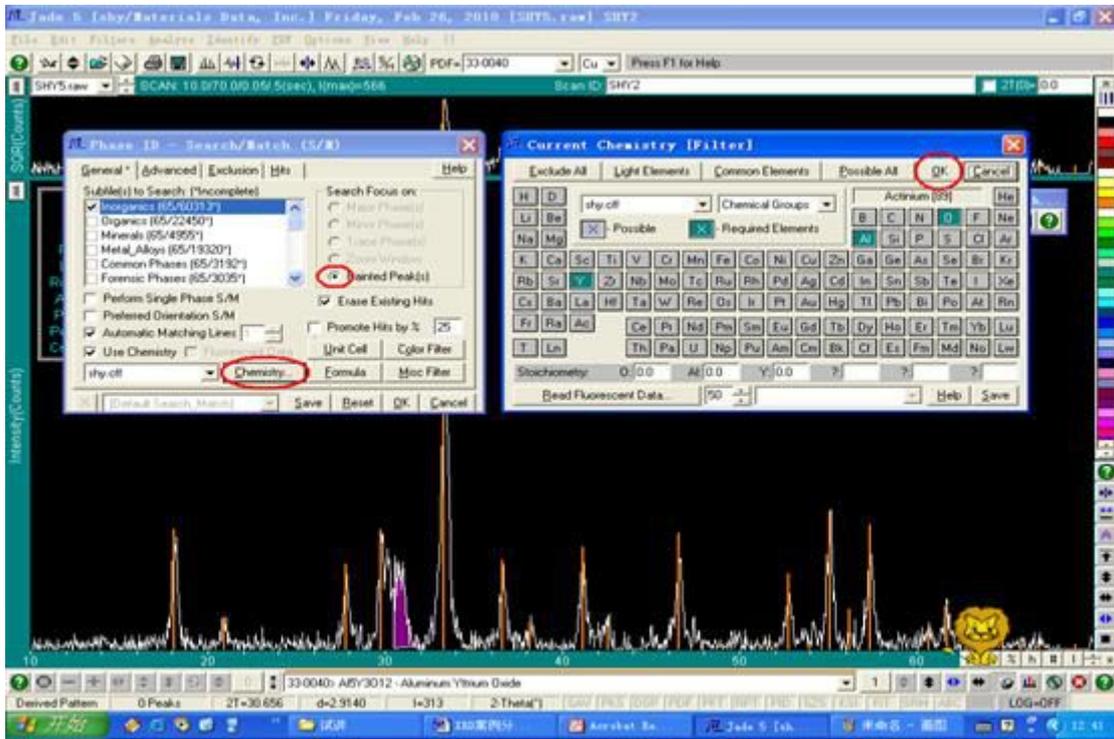
(4) 次要相或微量相的检索。在“Use chemistry filter”选项前加上对号，进入到一个元素周期表对话框。将样品中可能存在的元素全部输入，点击“OK”，返回到前一对话框界面，此时可选择检索对象为次要相或微量相（S/M Focus on Minor Phases 或 S/M Focus on Trace Phases），其它下面操作就完全相同了。





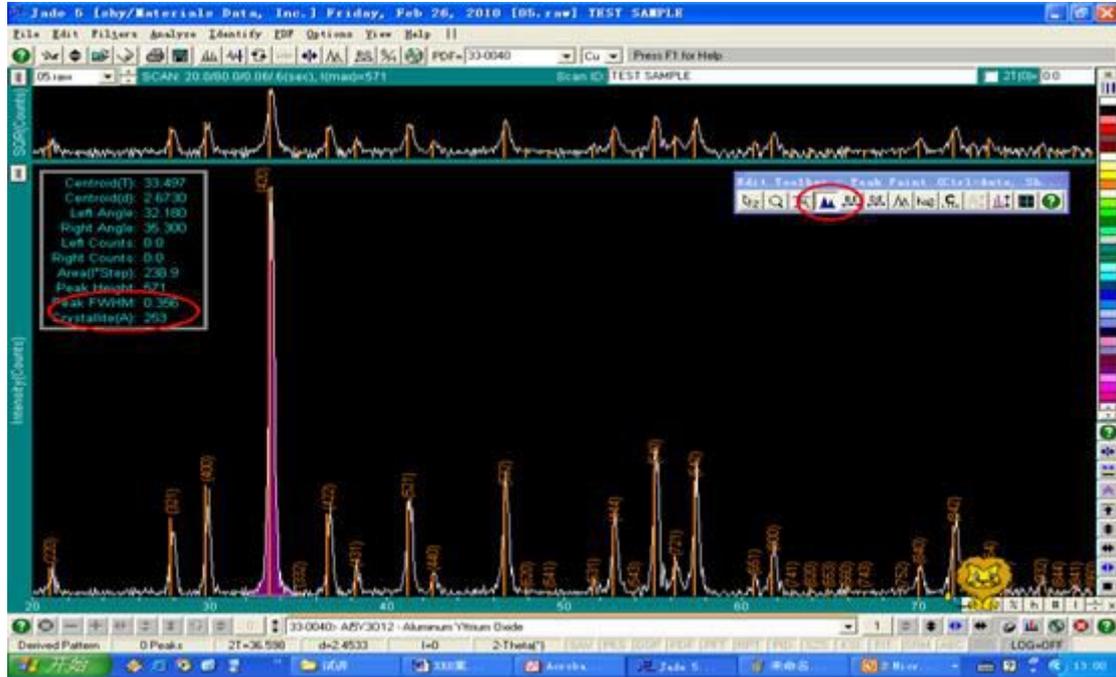
(5) 单峰搜索，即指定一个未被检索出的峰，在 PDF 卡片库中搜索在此处出现衍射峰的物相列表，然后从列表中检出物相。

方法如下：在主窗口中选择“计算峰面积”按钮，在峰下划出一条底线，该峰被指定，鼠标右键点击“S/M”，此时，可以限定元素或不限定元素，软件会列出在此峰位置出现衍射峰的标准卡片列表。其它操作则无别样。

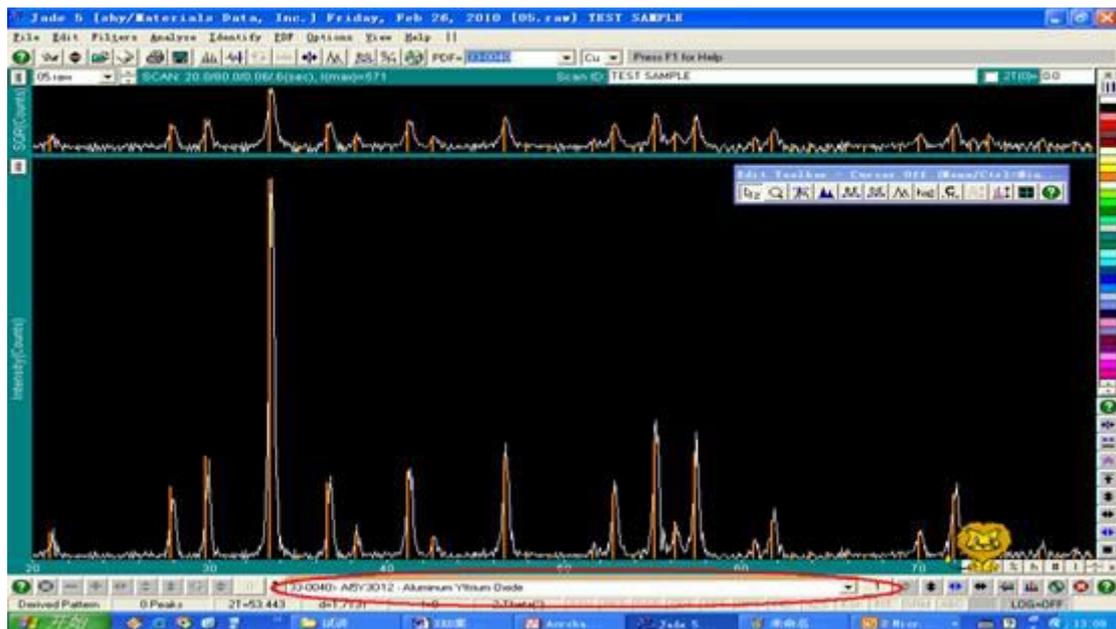


$$D_{hkl} = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos\theta}$$

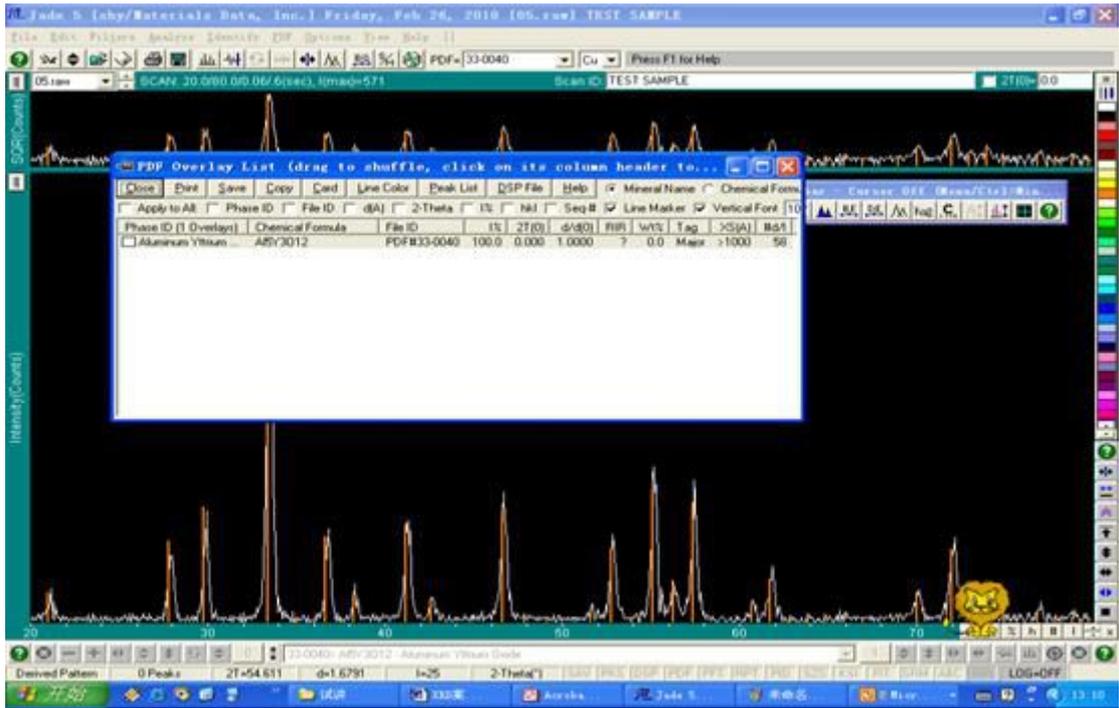
5. 使用手动工具栏中的计算峰面积按钮或将有关数据带入谢乐公式计算可获得有关衍射面的晶粒尺寸，如图 $D_{420}=25.3\text{nm}$ ；



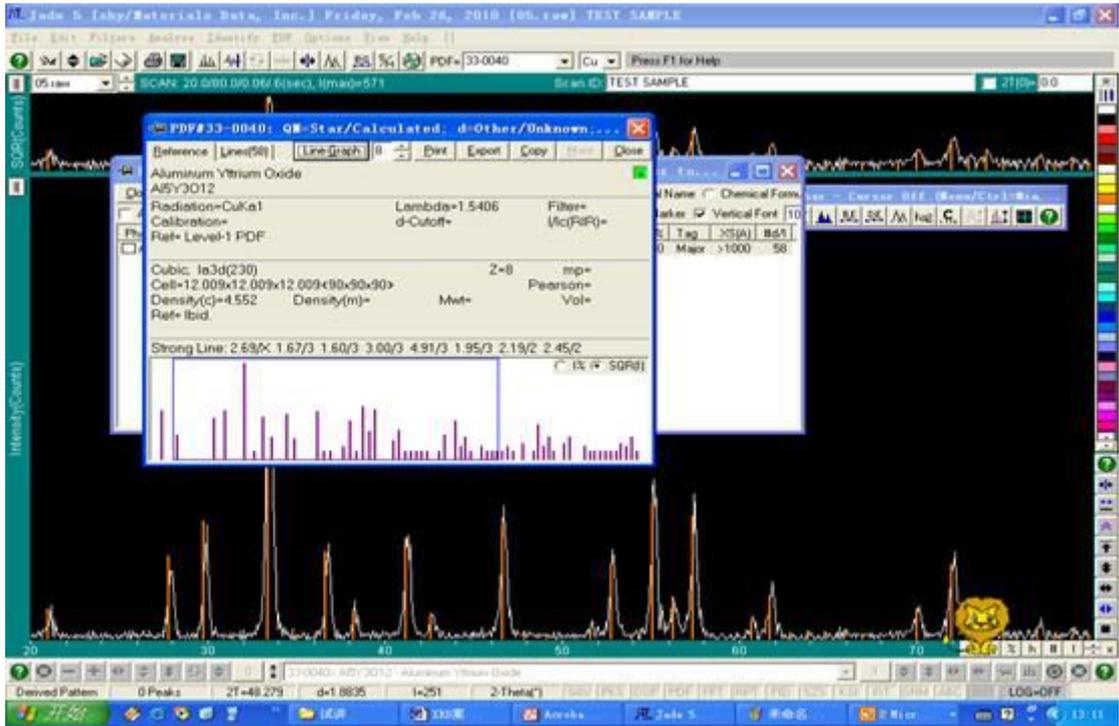
6. PDF 卡片查找；利用光盘检索功能查找某一张卡片有两种方式，一种是输入卡片号；直接在“光盘”右边的文本栏中输入卡片号，如 33-0040，按回车键，输入的卡片就被加入到 PDF 卡片列表组合框，点击卡片张数（图中显示为 1），可打开 PDF 卡片列表来查看。



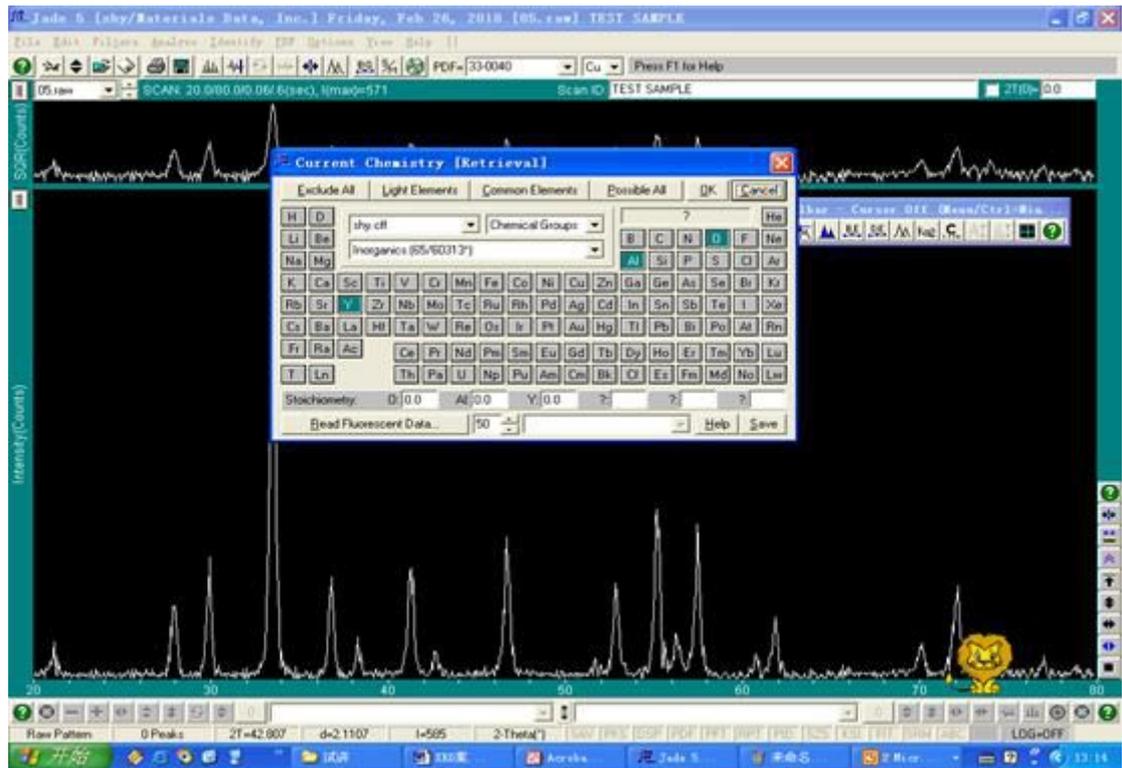
已检索到的卡片列表：



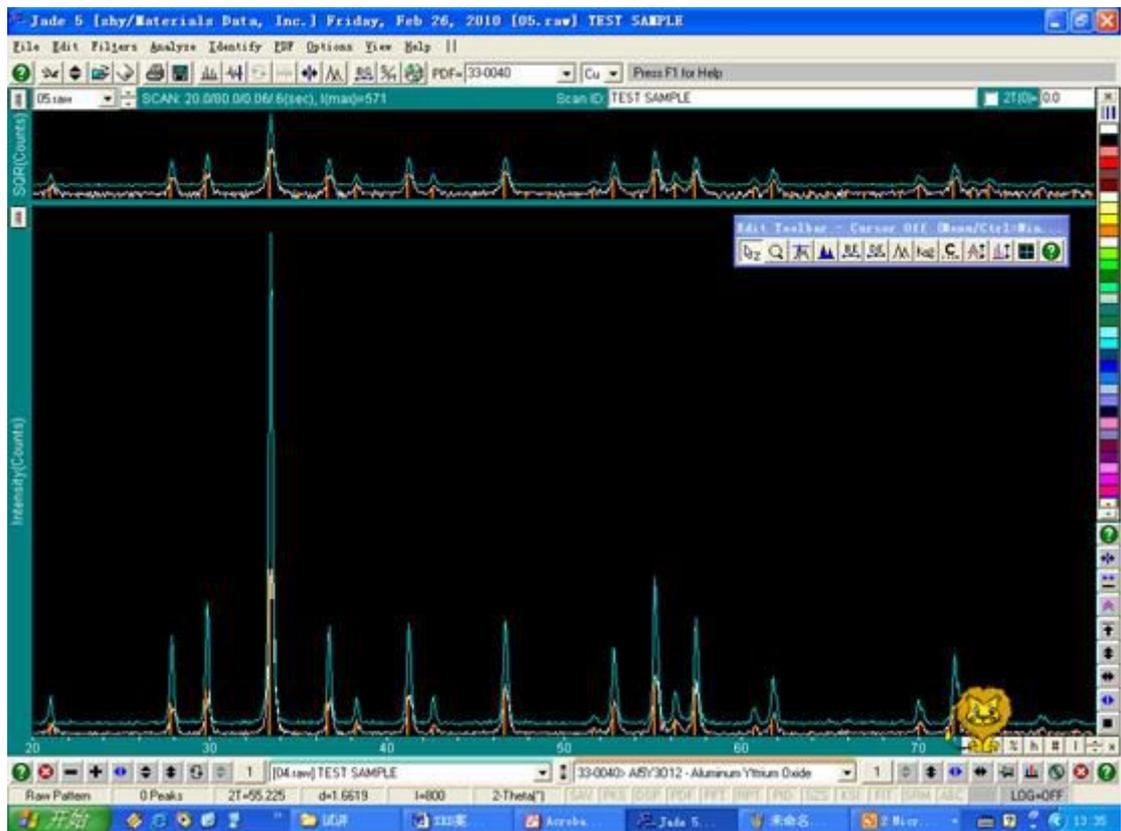
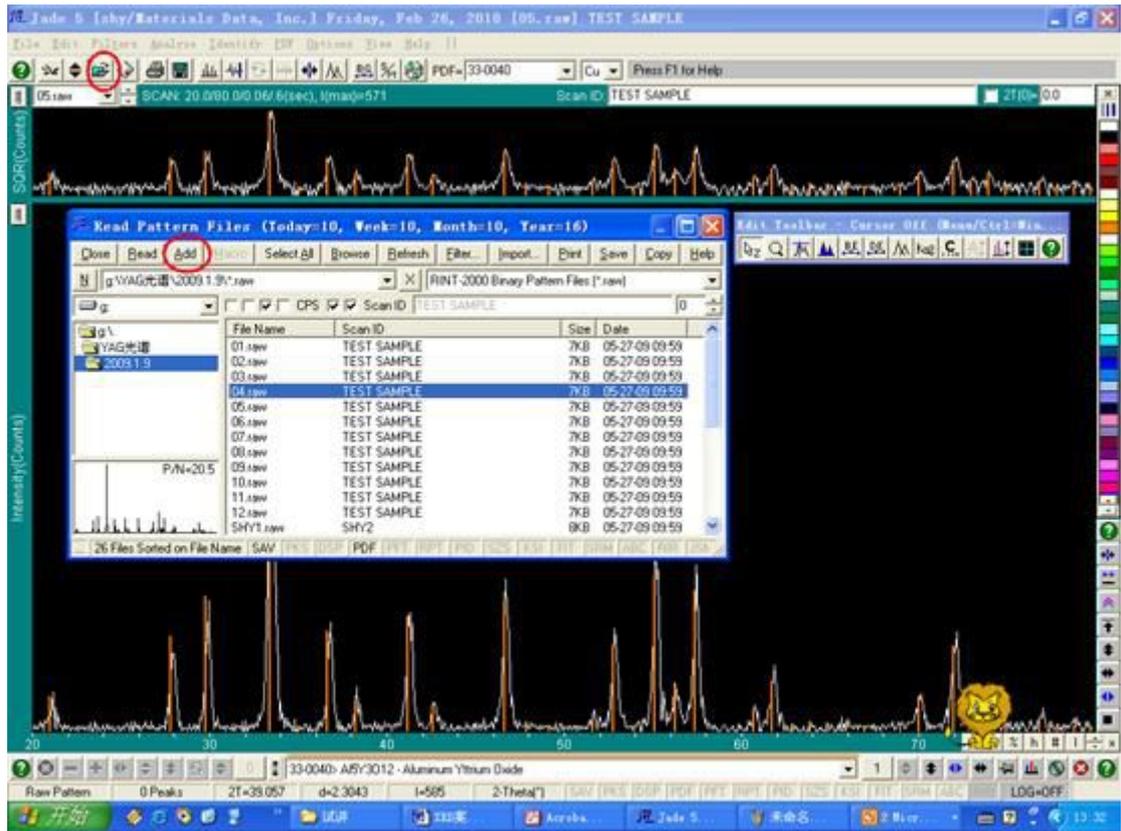
在物相卡片行上双击，打开一张 PDF 卡片显示：



另一种方式是按成分查找：如 YAG，鼠标右键点击“光盘”，在元素周期表中选定 Y、Al 和 O 为“一定存在”，单击“OK”出现一个列表，显示了所有 Y-Al-O 化合物的物相。这个命令在主窗口和物相检索列表窗口同样可用。点击卡片张数（图中显示为 7），可打开 PDF 卡片列表来查看。



7. Jade 5.0 可实现多谱显示，便于同系列样品的结果比较。打开文件，鼠标左键单击 04. raw 文件，然后单击“add”，文件添加完成，图谱自动按照添加顺序由下向上排列。



8. 生成物相检索报告；如果只是调查测试样品中含有哪些相，保存一张图片就可以了。检索完成后，鼠标右键点击常用工具栏中的“打印机”按钮，转到“打印预览”窗口，可保存/复制/打印/编辑检索结果。

