# XRD 物相分析

图 1 是采用 NH₄HCO₃作为沉淀剂,制备的前驱体于 1000℃下煅烧获得的 Nd:YAG 纳米粉体的 XRD 图谱。



#### 图 1 碳酸氢铵法 1000℃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,CuK  $\alpha$  1 辐射,  $\lambda$  =0.15405nm,X 射线管电压为 40kV,管电流为 20mA, 扫描速率为 4°/min,扫描范围(2  $\theta$ ) 10°~80°。

实验采用 A1 (NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> • 9H<sub>2</sub>O、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、HNO<sub>3</sub>等为主要原料。首先用 HNO<sub>3</sub>溶解 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,并 配制成一定浓度的硝酸盐溶液,然后按石榴石 Nd<sub>x</sub>:Y<sub>3-x</sub>A1<sub>5</sub>O<sub>12</sub> (x 为 Nd<sup>3\*</sup>的掺杂浓度)的配比将 铝盐、钇盐和钕盐溶液混合,采用反向滴定,将混合盐溶液以小于 2m1/min 的滴定速度分别 滴入 NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub>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℃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 Y<sub>3</sub>A1<sub>5</sub>O<sub>12</sub> (YAG)、单斜晶系的 Y<sub>4</sub>A1<sub>2</sub>O<sub>9</sub>(YAM)、具有斜方和六方点阵结构的 YA1O<sub>3</sub>(称为钇铝钙钛矿 或 YAP)、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>或 A1<sub>2</sub>O<sub>3</sub>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。

Y<sub>3</sub>A1<sub>5</sub>O<sub>12</sub> (YAG) PDF 卡:

Nº PDF#33-0040: QE=Star/Calcu	lated;	d=0the	r/Unk	nown:.	💌
Beference Lines(58) Line-Graph 8	÷ Print	Export	Сору	More	Close
Aluminum Yttrium Oxide Al5Y3012					
Radiation=CuKa1 Calibration= Ref= Level-1 PDF	Lambda d-Cutoff=	=1.5406	F V	filter= lc(RIR)+	-
Cubic, la3d(230) Cell=12.009x12.009x12.009<90x90x90x Density(c)=4.552 Density(m)= Ref= Ibid.	м	Z=8 wt=	Pea	mp= rson= ∨ol=	
Strong Line: 2.69/X 1.67/3 1.60/3 3.00/3 4.91/3 1.95/3 2.19/2 2.45/2					
	ıll		Մե	с 12 е 11 ти	SQR(I)

Y<sub>4</sub>A1<sub>2</sub>O<sub>9</sub> (YAM) PDF **≒**:

Nº PDF#34-0368: QE=Star/Calc	ulated: d=Other/Unknown: 🔀
Reference Lines(89) [Line-Graph] 8	Print Export Copy More Close
Aluminum Yttrium Oxide Al2Y409	
Radiation=CuKa1 Calibration= Ref= Level-1 PDF	Lambda=1.5406 Filter= d-Cutoff= I/Ic(RIR)=
Monoclinic, P21/a(14) Cell=11.116x10.469x7.379<90x108.61x Density(c)=4.518 Density(m)= Ref= Ibid.	Z=4 mp= 90> Pearson= Mwt= Vol=
Strong Line: 2.92/X 3.02/6 1.83/2 1.82	/2 3.33/2 1.56/2 4.70/1 1.72/1

YA10₃PDF 卡:

<sup>约2</sup> PDF#33-0041: QI=Star/Calca	lated; d=Other/	(Unknown : 🔀
Beference Lines(29) [Line-Graph] 8	Print Export	Copy More Close
Aluminum Yttrium Oxide AlYO3		
Radiation=CuKa1 Calibration= Ref= Level-1 PDF	Lambda=1.5406 d-Cutoff=	Filter= I/Ic(RIR)=
Orthorhombic, Pnma(62) Cell=5.329x7.371x5.18<90x90x90> Density(c)=5.351 Density(m)= Ref= Ibid.	Z=4 Mwt=	mp= Pearson= Vol=
Strong Line: 2.62/X 1.86/3 3.71/3 2.12	/3 2.59/2 2.16/2 2.66	6/2 3.32/2

Nº PDF#16-0219: QM=Intermed	iate: d=Other/Unknown; I= 🔀
Reference Lines(15) [Line-Graph] 8	Print Export Copy More Close
Aluminum Yttrium Oxide YAIO3	
Radiation=CuKa1 Calibration= Ref= Level-1 PDF	Lambda=1.5406 Filter= d-Cutoff= I/Ic(RIR)=
Hexagonal, P63/mmc(194) Cell=3.678x3.678x10.483<90x90x120 Density(c)=4.432 Density(m)= Ref= Ibid.	Z=2 mp= Pearson= Mwt= Vol=
Strong Line: 5.24/X 3.17/X 1.17/X 2.3	72/× 2.02/6 1.84/6 1.20/6 3.04/4

# Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>PDF 卡:

- PDF#43-0661: QE=Star/Calc	ulated; d=Other	/Unknown ; 🔀
Reference Lines(8) [Line-Graph] 8	Print Export	Copy More Close
Yttrium Oxide Y2O3		•
Radiation=CuKa1 Calibration= Ref= Level-1 PDF	Lambda=1.5406 d-Cutoff=	Filter= I/Ic(RIR)=
Cubic, Fm-3m(225) Cell=5.264x5.264x5.264<90x90x90>	Z=2	mp= Pearson=
Density(c)=5.14 Density(m)= Ref= Ibid.	Mwt=	Vol-
Strong Line: 3.03/X 1.86/3 1.59/2 2.63	/2 1.21/1	
	NA	C 1% @ SQR(I)
	1	
	1	T 1

 $A1_2O_3PDF +:$ 

- PDF#04-0880: QE=Intermedi	ate; d=Other/Un	iknown ; I= 🔀
Beference Lines(6) [Line-Graph] 8	Print Export	Copy More Close
Alumina Al2O3 Show/Nide Line-Grap	ъ	-
Radiation=CuKa1 Calibration= Ref= Level-1 PDF	Lambda=1.5406 d-Cutoff=	Filter= I/Ic(RIR)=
Cubic(Primitive) Cell=7.95x7.95x7.95<90x90x90>	Z=10	) mp= Pearson=
Density(c)=3.37 Density(m)= Ref= Ibid.	Mwt=	Vol=
Strong Line: 1.39/X 2.40/4 2.11/3 1.98	/2 2.27/2 1.53/1	
		C 1% (* SQR(I)

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。



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  $D_{lad} = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta}$ 计算均 可获得有关衍射面的晶粒尺寸,如图  $D_{420}=25.3$  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、A1和0为"一定存在",单击"OK"出现一个列表,显示了所有 Y-A1-0 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,然后点击"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;如果只是想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。

