



石家莊鐵道大學
SHIJIAZHUANG TIEDAO UNIVERSITY

在线开放课程

X射线衍射技术

物相定性分析一

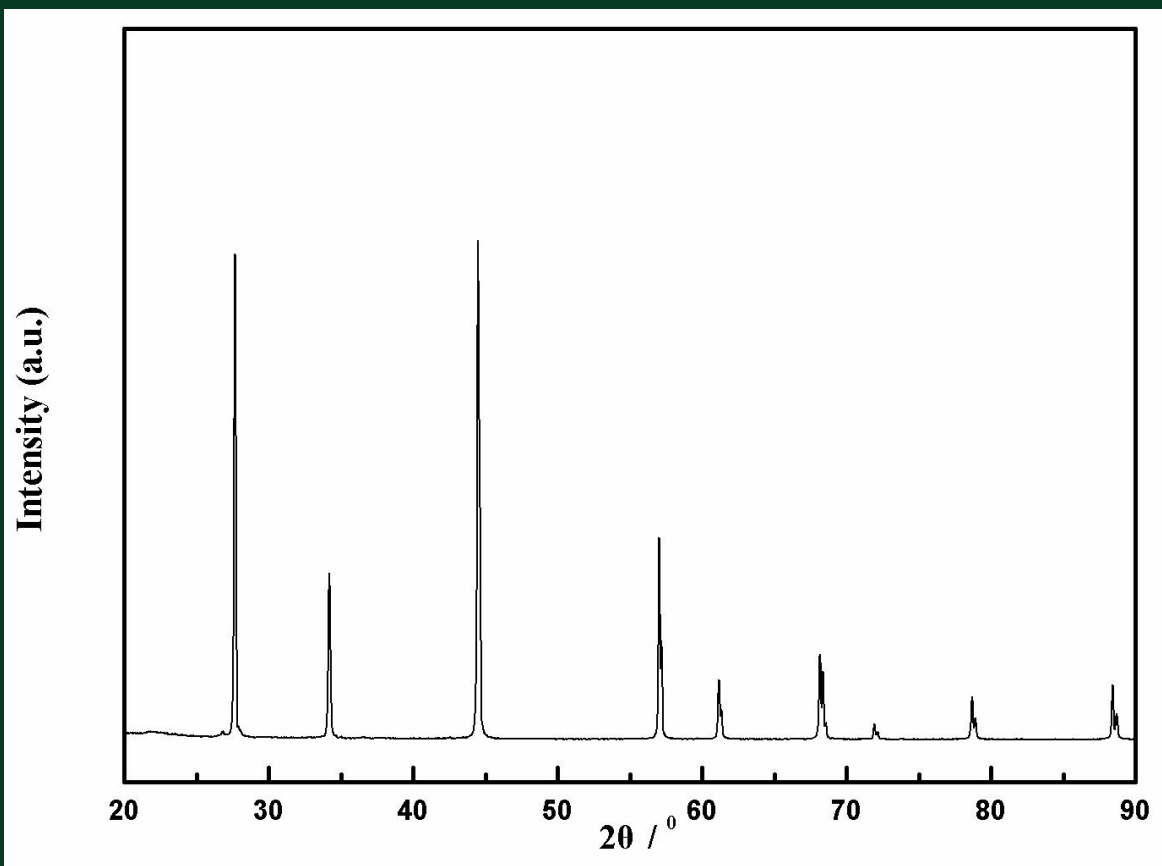
主讲：杨治刚

目录



在线开放课程

- 物相
- 物相分析原理
- 物相定性分析依据
- PDF卡片介绍



物相

定义：各种元素形成的具有固定结构的化合物

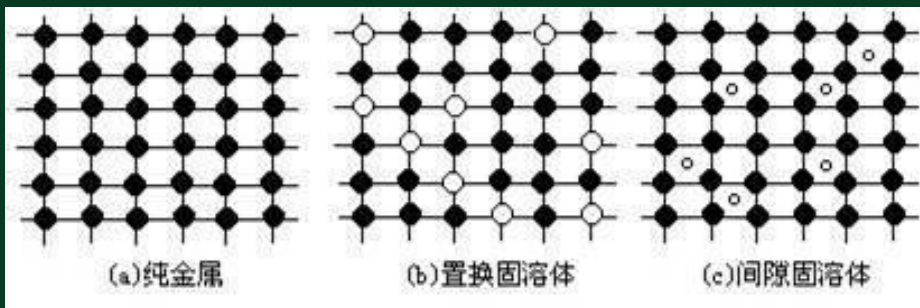
化合物

单质元素

固溶体

ZrO_2
单斜
立方
四方

Ti与Al
 $TiAl$
 Ti_3Al
 $TiAl_3$



基础：晶体结构

物相分析原理

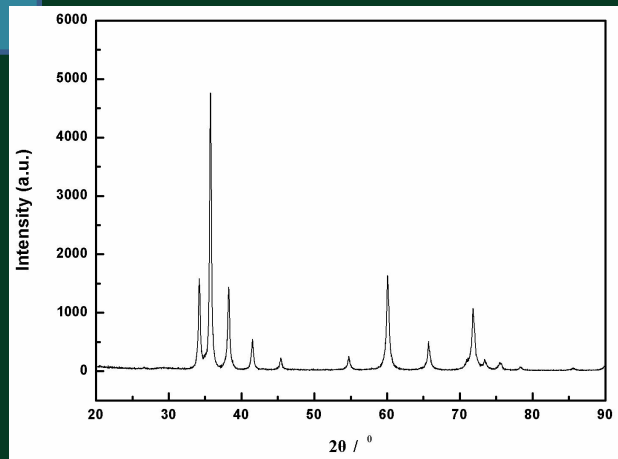
任一结晶物质：特定的晶体结构

X射线

特有的衍射花样



一一对应

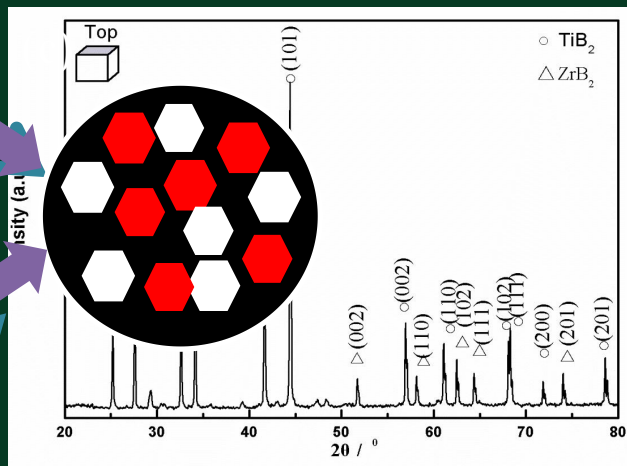
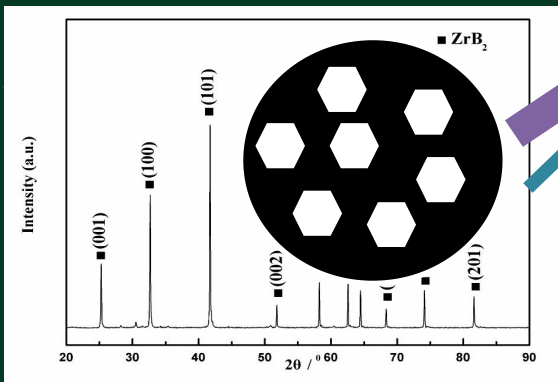
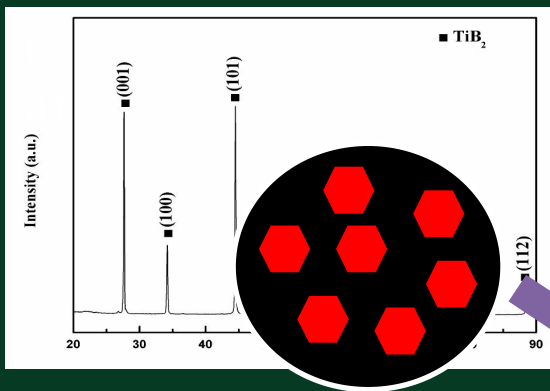


一一对应

物相

衍射花样

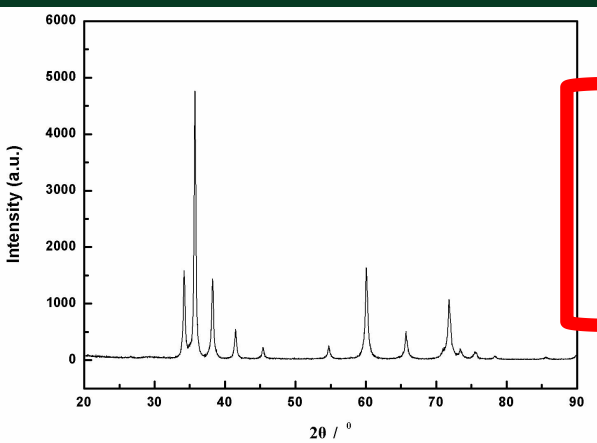
物相分析原理



多相物质

单相物质

物相定性分析判据



衍射线位置

晶面
间距 d

衍射线强度

相对
强度 I

基本判据： d - I 数据组

分析方法：测试的 d - I 数据组与已知结构物质的标准 d - I 数据组进行对比

PDF卡片

发展历程



在线开放课程

1. **1938**年，J.D.Hanawalt等人首先发起以 $d-I$ 数据组代替衍射花样，制备衍射数据卡片的工作。
2. **1942**年“美国材料试验协会（ASTM）”出版约1300张衍射数据卡片（ASTM卡片）。
3. **1969**年成立了“粉末衍射标准联合委员会”，由它负责编辑和出版粉末衍射卡片，称为PDF卡片。
4. 现在由ICDD(International Center for Diffraction Data)提供。

PDF卡片

特征衍射线对应的面间距

物相化学式和名称

数据可靠度



在线开放课程

卡片序号

相对强度

实验条件

晶体结构参数

物理性质

试样来源
制备方法
化学分析

| | | | | | | | | | | |
|--|---|-----------------------|----------------|-----------------------|---|----------------------------------|------------|---------------|----------------------------------|------------|
| 15-776 | | | | | | | | | | |
| <i>d</i> | 3.39 | 3.43 | 2.27 | 5.39 | 3Al ₂ O ₃ · 2SiO ₂ ★ | | | | | |
| <i>I</i> / <i>I</i> ₁ | 100 | 95 | 60 | 50 | Aluminum Silicate | | | | | |
| Rad. | CuK _α λ 1.5405 Filler Ni Dia. | | | | <i>d</i> (Å) | <i>I</i> / <i>I</i> ₁ | <i>hkl</i> | <i>d</i> (Å) | <i>I</i> / <i>I</i> ₁ | <i>hkl</i> |
| Cut off | <i>I</i> / <i>I</i> ₁ Diffractometer | | | | 5.39 | 50 | 110 | 1.7125 | 6 | 240 |
| Ref. | National Bureau of Standards | | | | 3.774 | 8 | 200 | 1.7001 | 14 | 321 |
| | (U. S.) Monograph 25 | | | | 3.428 | 95 | 120 | 1.6940 | 10 | 420 |
| | Set. 3(1964) | | | | 3.390 | 100 | 210 | 1.5999 | 20 | 041 |
| Sys. | Orthorhombic S. G. Pbam(55) | | | | 2.886 | 20 | 001 | 1.5786 | 12 | 401 |
| <i>a</i> ₀ | 7.5456 | <i>b</i> ₀ | 7.6898 | <i>c</i> ₀ | 2.694 | 40 | 220 | 1.5644 | 2 | 141 |
| | 2.8842 | | | | 2.542 | 50 | 111 | 1.5461 | 2 | 411 |
| A0. | 98124 | C0. 37506 | | | 2.428 | 14 | 130 | 1.5242 | 35 | 331 |
| <i>α</i> | <i>β</i> | <i>γ</i> | Z 3/4 Dx 3.170 | | 2.393 | <2 | 310 | 1.5067 | <2 | 150 |
| Ref. | Ibid. | | | | 2.308 | 4 | 021 | 1.4811 | <2 | 510 |
| <i>ε α</i> | 1.637 | <i>n ω β</i> | 1.641 | <i>ε γ</i> | 2.292 | 20 | 201 | 1.4731 | <2 | 241 |
| | 1.652 Sign | | | | 2.206 | 60 | 121 | 1.4605 | 8 | 421 |
| 2V | <i>D</i> | <i>mp</i> | Color | Colorless | 2.121 | 25 | 230 | 1.4421 | 18 | 002 |
| Ref. | Ibid. | | | | 2.106 | 8 | 320 | 1.4240 | 4 | 250 |
| Sample was prepared at NBS by C. Robbins. Spec. anal. : | | | | | 1.969 | 2 | 221 | 1.4046 | 8 | 520 |
| 0.01 to 0.1 Fe, and 0.001 to 0.01 each of Ca, Cr, Mg, Mn, Ni, Ti, and Zr. | | | | | 1.923 | 2 | 040 | 1.3932 | <2 | 112 |
| Pattern was made at 25°C. | | | | | 1.887 | 8 | 400 | 1.3494 | 6 | 341 |
| Chem. Anal. Showed 61.6 Al ₂ O ₃ 38 (mole.) SiO ₂ | | | | | 1.863 | <2 | 140 | 1.3462 | | |
| | | | | | 1.841 | 10 | 311 | 1.3356 | 12 | 151 |
| | | | | | 1.7954 | <2 | 330 | plus 24 lines | to 1.0065 | |

晶面间距
晶面指数
相对强度

物相化学式和名称

单胞中原子数



在线开放课程

一般，化学式之后常有一个数字和大写英文字母的组合说明。

布拉菲点阵类型

C—简单立方
B—体心立方
F—面心立方
T—简单正方
U—体心正方
R—简单菱方

H—简单六方
O—简单斜方
Q—底心斜方
S—面心斜方
M—简单单斜
N—底心单斜
Z—简单三斜

数据可靠度：右上角的符号标记

*—数据高度可靠；

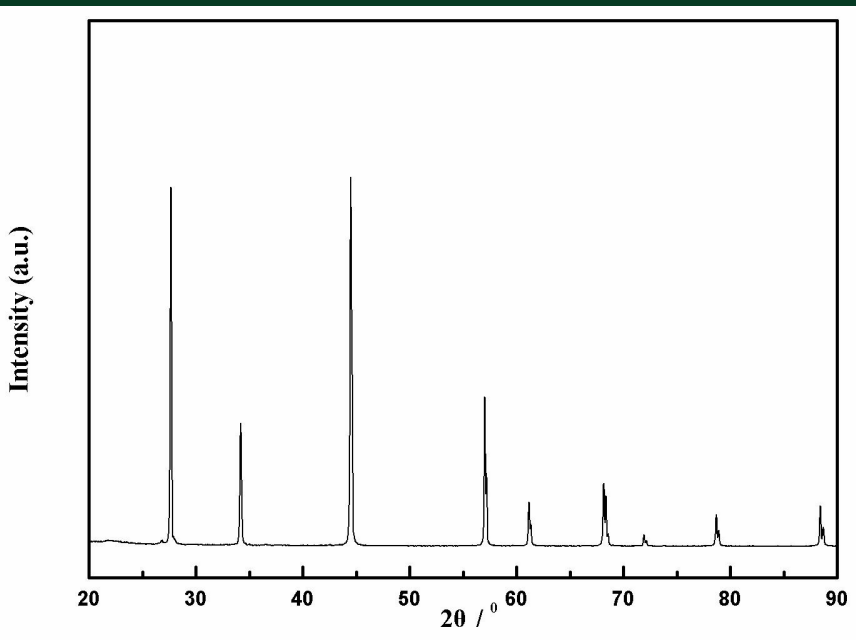
I—已指标化和估计强度，但可靠性不如前者；

O—可靠性较差；

C—衍射数据来自理论计算；

无标记时可靠性一般。

PDF卡片索引



进行索引

数值索引

字母索引

汉纳瓦尔特 (Hanawalt) 数值索引

面间距和相对强度

化学式

卡片
编号

参比
强度

| | | | | | | | | | | |
|--------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|---------------------------------------|--------|------|
| ★2.09 _x | 2.55 ₉ | 1.60 ₈ | 3.48 ₈ | 1.37 ₅ | 1.74 ₅ | 2.38 ₄ | 1.40 ₃ | Al ₂ O ₃ | 10-173 | 1.00 |
| 3.60 _x | 6.01 ₈ | 4.36 ₈ | 3.00 ₆ | 4.15 ₄ | 2.74 ₄ | 2.00 ₂ | 1.81 ₂ | Fe ₂ O ₃ | 21-920 | |
| 12.08 _x | 2.21 ₈ | 1.56 ₆ | 1.39 ₅ | 1.37 ₂ | 4.63 ₂ | 1.87 ₂ | 6.93 ₁ | (Ti ₂ Cu ₃)10T | 14-459 | |
| ★3.34 _x | 4.26 ₄ | 1.82 ₂ | 1.54 ₂ | 2.46 ₁ | 2.28 ₁ | 1.38 ₁ | 2.13 ₁ | α-SiO ₂ | 54-490 | |

每个相组成：面间距和相对强度，化学式，物质卡片编号和参比强度。

对完全未知的待测样品进行相分析时，使用数值索引。

无机相字母索引

按照物质的英文名称第一个字母顺序排列而成的。

在线开放课程

物相英文名称

化学式

三强线的 d 值
和相对强度

卡片
编号

参比
强度

| | | | | | | | | |
|------------------|-----------|-----|------------------------------------|-------------------|-------------------|-------------------|----------|------|
| ★Aluminum Oxide: | 1Corundum | Syn | Al ₂ O ₃ | 2.09 _x | 2.55 ₉ | 1.60 ₈ | 10-173 | 1.00 |
| Iron Oxide | | | Fe ₂ O ₃ | 3.60 _x | 6.01 ₈ | 4.36 ₈ | 21-920 | |
| Titanium Copper | | | (Ti ₂ Cu ₃) | 2.08 _x | 2.21 ₈ | 1.56 ₆ | 14 - 459 | |
| | | | 10T | | | | | |
| ★Silicon Oxide: | 1Quartz, | low | α-SiQ ₂ | 3.34 _x | 4.26 ₄ | 1.82 ₂ | 5-490 | 3.60 |

每个相组成：英文名称，化学式，衍射花样中三强线的 d 值和相对强度，物质卡片编号和参比强度。

已知试样中主要化学成分时，可用字母顺序索引查找卡片。

小结



在线开放课程

- 物相分析原理
- 物相定性分析依据
- PDF卡片

