

ICS 19.100
N 78



中华人民共和国国家标准

GB/T 23413—2009

GB/T 23413—2009

纳米材料晶粒尺寸及微观应变的测定 X射线衍射线宽化法

Determination of crystallite size and micro-strain of nano-materials—
X-ray diffraction line broadening method

中华人民共和国
国家标准
纳米材料晶粒尺寸及微观应变的测定
X射线衍射线宽化法
GB/T 23413—2009

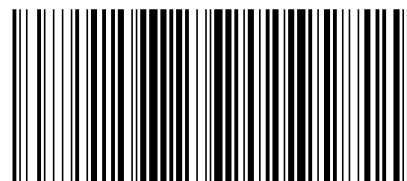
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2009年6月第一版 2009年6月第一次印刷

*
书号: 155066·1-37482 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 23413-2009

2009-04-01 发布

2009-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

根据得到的实测综合宽化函数(K_{a1} 分量) $h(x)$ 的积半比 ζ_h ,利用表 A.1 并结合几何宽化函数 $g(x)$ 的积半比 ζ_g 进行分析,便可以定出物理宽化函数 $f(x)$ 的近似函数类型。

如果利用上表仍不能判定物理宽化函数 $f(x)$ 的近似函数类型,则选择综合宽化线形函数 $h(x)$ 的类型作为 $f(x)$ 的近似函数类型。

A.1.3 几何宽化效应的分离

根据实测衍射谱线的强度分布,经双线分离后,得到了纯 K_{a1} 分量的积分宽度 B_0 (对于标准试样用 b_0 表示),并分别确定了几何宽化函数 $g(x)$ 和物理宽化函数 $f(x)$ 的近似函数类型。将具体函数形式代入公式(4),便可以得到 β 、 B_0 和 b_0 之间的具体解析表达式,从而可以根据已得到的综合宽化 B_0 和几何宽化 b_0 值计算物理宽化 β ,完成几何宽化效应的分离工作。

由于 $g(x)$ 和 $f(x)$ 的近似函数类型的选择都有三种可能,它们之间的组合就可能出现九种情况。其中,前五种组合利用公式(4)得到的 β 、 B_0 和 b_0 之间的关系式列于表 A.2 中。

表 A.2 前五种函数组合对应的 β 、 B_0 和 b_0 之关系式

No.	$f(x)$	$g(x)$	β 、 B_0 和 b_0 之间的关系式
1	$e^{-a_1 x^2}$	$e^{-a_2 x^2}$	$\frac{\beta}{B_0} = \sqrt{1 - \left(\frac{b_0}{B_0}\right)^2}$
2	$\frac{1}{1+\beta x^2}$	$\frac{1}{1+\beta x^2}$	$\frac{\beta}{B_0} = 1 - \frac{b_0}{B_0}$
3	$\frac{1}{(1+\gamma x^2)^2}$	$\frac{1}{1+\beta x^2}$	$\frac{\beta}{B_0} = \frac{1}{2} \left(1 - \frac{b_0}{B_0} + \sqrt{1 - \frac{b_0}{B_0}}\right)$
4	$\frac{1}{1+\beta x^2}$	$\frac{1}{(1+\gamma x^2)^2}$	$\frac{\beta}{B_0} = \frac{1}{2} \left(1 - 4 \frac{b_0}{B_0} + \sqrt{8 \frac{b_0}{B_0} + 1}\right)$
5	$\frac{1}{(1+\gamma_1 x^2)^2}$	$\frac{1}{(1+\gamma_1 x^2)^2}$	$B_0 = \frac{(b_0 + \beta)^3}{(b_0 - \beta)^2 + b_0 \beta}$

A.2 晶粒细化和显微应变效应的分离

从前面的分析中得到了纯粹由物理因素而引起的物理宽化,它包含着晶粒细化和显微应变两种效应的共同作用。严格确定 $M(x)$ 和 $N(x)$ 的近似函数类型比较困难。为了从物理宽化中再分离出晶粒宽化参量和微观应变宽化参量,可假定晶粒细化导致的衍射线宽化函数 $M(x)$ 的函数形式接近 $\frac{1}{1+\beta x^2}$

分布,微观应变宽化函数 $N(x)$ 的函数类型接近 $\frac{1}{(1+\gamma x^2)^2}$ 分布。对于这两种函数类型的组合, β 、 m 和 n 之间的关系为式(A.2):

$$\beta = \frac{(m + 2n)^2}{m + 4n} \dots\dots\dots (A.2)$$

为了求解 m 、 n 应得到两个 β 值,用公式(A.2)建立两个方程,就可以得到唯一的 m 和 n 的值。其方法有单波法和双波法两种。本标准采用单波法,就是用一种辐射在同一实验条件下,对同一试样测量高角和低角两条谱线。为了尽量减少分析误差,在保证衍射强度的条件下,两条谱线之间的角距离越大越好。对于各向异性样品,尤其是具有强烈择优取向的样品,可利用其织构特征测量某一谱线的两级衍射。为了表示方便,对于低角和高角谱线参量分别用角标 1 和 2 加以区别。考虑到分析精度,只求出 m_1 和 n_2 。经过推导得到的 $M_1(m_1/\beta_1) - \beta_2/\beta_1$ 关系式和 $N_2(m_2/\beta_2) - \beta_2/\beta_1$ 关系如式(A.3),式(A.4):

$$\frac{[rM_1 + s(1 - M_1 + \sqrt{1 - M_1})]^2}{rM_1 + 2s(1 - M_1 + \sqrt{1 - M_1})} = \frac{\beta_2}{\beta_1} \dots\dots\dots (A.3)$$

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。
 本标准由全国微束标准化技术委员会提出并归口。
 本标准起草单位:钢铁研究总院、首钢技术研究院。
 本标准主要起草人:方建锋、郑毅、李琪、张晋远、柳春兰、朱瑞珍。

引 言

晶粒尺寸和微观应变对纳米晶功能材料的电磁、光电、催化等性能和结构材料的相变强化、形变强化等强韧化性能有着十分重要的影响。因此,这两个结构参数的规范化测定对于纳米晶材料的基础研究和产品开发有着重要的理论意义和实用价值。而目前的多数实验室的测试方法不够规范和统一,从而使得对同一样品在不同实验室测定的数据有较大的差别。

目前较为常用的测定纳米级晶粒尺寸及微观应变的数据处理方法主要有:近似函数法,瓦伦-艾弗巴赫(Warren-Averbach)傅氏分析法、方差分析法和 Rietveld 全谱图拟合法等。根据目前大多数实验室可以达到的测试水平,以及目前在纳米晶测定方面的文献所采用的方法,在该标准中采用近似函数法作为纳米级晶粒尺寸和微观应变的分析方法。

附 录 A

(规范性附录)

用近似函数法计算纳米材料晶粒尺寸和微观应变的方法

该标准所选用的三种近似函数分别为: $e^{-\alpha x^2}$, $\frac{1}{1+\beta x^2}$ 和 $\frac{1}{(1+\gamma x^2)^2}$, 其中 α, β, γ 为三种函数的待定系数,与衍射线形的积分宽度相关。下面是该方法的具体操作过程。

A.1 几何宽化和物理宽化的分离

为了求解方程(4),在完成衍射线的 $K_{\alpha 1}$ 和 $K_{\alpha 2}$ 双重线分离的基础上,需要确定综合宽化线形函数 $h(x)$ 、几何宽化函数 $g(x)$ 和物理宽化函数 $f(x)$ 的近似函数类型。

A.1.1 综合宽化线形函数 $h(x)$ 和几何宽化函数 $g(x)$ 类型的判定

确定综合宽化函数 $h(x)$ 和几何宽化函数 $g(x)$ 的类型时,可根据剥离 $K_{\alpha 2}$ 之后的综合宽化衍射线形和标准样品的衍射线形,采用拟合离散度 S_j^2 判别法,即按式(A.1)计算标准样品的衍射线形与三种对应的标准函数的拟合离散度 S_j^2

$$S_j^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n [I_1(x_i) - I_0 f_j(x_i)]^2 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中, $j=1, 2, 3$, 分别对应以下三种标准分布函数; n 为比较的数据点数目, $I_1(x)$ 为实测函数值, I_0 为实测函数的最大值。

$$f_1(x) = e^{-\alpha x^2} = e^{-\frac{\pi}{B_0^2} x^2}$$

$$f_2(x) = \frac{1}{1+\beta x^2} = \frac{1}{1+\frac{\pi^2}{B_0^2} x^2}$$

$$f_3(x) = \frac{1}{(1+\gamma x^2)^2} = \frac{1}{\left(1+\frac{\pi^2}{4B_0^2} x^2\right)^2}$$

B_0 为剥离 $K_{\alpha 2}$ 之后衍射线形的积分宽度。比较 S_j^2 的大小,其中最小者对应的函数即为被选定的综合宽化函数或几何宽化函数的类型。

A.1.2 物理宽化函数 $f(x)$ 类型的判定

物理宽化函数 $f(x)$ 的近似函数类型难以直接利用实测数据进行判定。由于 $h(x)$ 函数的积半比 ζ_h 与对应的原函数 $g(x)$ 和 $f(x)$ 的积半比 ζ_g 和 ζ_f 对于不同的组合有着不同的对应关系。所以,它可以作为判定物理宽化函数 $f(x)$ 函数类型的根据。表 A.1 列出了这些对应关系。

表 A.1 卷积合成线形的原线形 $f(x)$ 判据表

No.	卷积合成线形 $h(x)$ 积半比 ζ_h	原线形表达式		原线形积半比	
		$g(x)$	$f(x)$	ζ_g	ζ_f
1	0.939	$e^{-\alpha_1 x^2}$	$e^{-\alpha_2 x^2}$	0.939	0.939
2	0.680	$(1+\beta_1 x^2)^{-1}$	$(1+\beta_2 x^2)^{-1}$	0.636	0.636
3	0.818	$(1+\gamma_1 x^2)^{-2}$	$(1+\gamma_2 x^2)^{-2}$	0.819	0.819
4	0.848	$(1+\beta x^2)^{-1}$	$e^{-\alpha x^2}$	0.636	0.939
5	1.010	$e^{-\alpha x^2}$	$(1+\gamma x^2)^{-2}$	0.939	0.819
6	0.797	$(1+\beta x^2)^{-1}$	$(1+\gamma x^2)^{-2}$	0.636	0.819