

前 言

本标准非等效采用美国 ASTM E81—90《制备定量极图的标准方法》。

本标准是在上述标准的基础上,考虑到近十几年来科学技术的发展和我国织构测量及研究的现状,删去 ASTM 标准中不具普遍性的实验方法和不再实用的实验技术,对狭缝的调整和晶粒度的影响做了重要修改,将整个实验建立在计算机采集数据和进行数据处理的基础上。方法更加规范化,各部分的叙述和要求更加严格准确。

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部信息标准研究院归口。

本标准起草单位:首钢冶金研究院、东北大学。

本标准主要起草人:胡小军、王福、丘利、荣广平、石少均。

1 范围

本标准规定了用 X 射线衍射仪测绘金属材料定量极图的基本方法。

本标准适用于冷、热加工金属板和一定条件下的再结晶金属板。其他多晶材料定量极图测绘也可参照本方法。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。在标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

YB/T 5148—93 金属平均晶粒度测定方法

3 原理

3.1 极图是被测多晶材料中晶体某一选定晶面族 {HKL} 的取向分布在平面极坐标中的二维表示。极图可以用来计算晶体取向分布和定性描述织构。

3.2 本标准将 Schulz 反射法作为反射法测量的基本实验方法。

3.2.1 若极图数据用于计算晶体取向分布,则优选采用反射法测量部分极图。在许多情况下,这种部分极图已能满足定性描述织构的要求。

3.3 本标准将 Decker 等人的透射法作为透射法测量的基本实验方法。它可以与 Schulz 反射法组合给出全极图。

3.4 本实验方法给出试样的检测晶面法线相对于试样参考坐标系的取向分布。这种分布是通过测量衍射 X 射线强度获得的。在整个测量过程中,探测器和相关的限制狭缝被固定在两倍 Bragg 角的位置上。逐次改变试样的取向,并记录下试样处于不同取向位置时的衍射 X 射线强度。若测量全极图,则需将测量获得的强度数据经扣除背底、对反射法测量数据做散焦校正及对透射法测量数据做吸收校正,用最小二乘法或其他方法进行透射数据衔接,即透射数据乘以系数 K_s , 见公式(1)。

$$K_s = \sum_{i=1}^n [I'_s(i)I_s(i)] / \sum_{i=1}^n I_s^2(i) \dots\dots\dots (1)$$

其中, I_s 和 I'_s 分别为衔接处不同 β 角下,用透射法和反射法测量的 X 射线强度数据。然后归一化到一个平均单位值。归一化的原则为,见公式(2):

$$\frac{1}{2\pi} \sum_{\phi=0(\Delta\phi)}^{\pi/2} \sum_{\beta=0(\Delta\beta)}^{2\pi} P(\phi, \beta) \sin\phi \Delta\phi \Delta\beta = 1 \dots\dots\dots (2)$$

其中, $P(\phi, \beta)$ 为极密度值, β 为试样绕 $00'$ 轴的转角, ϕ 为试样绕 FF' 轴的倾角(见图 1)。

3.5 Schulz 反射法的几何原理表示在图 1 中。用 L 表示 X 射线源。狭缝 S1 限制了入射光束在投影平面中的发散度。入射和反射光路中的 Soller 狭缝 SL1 和 SL2 限制了光束在垂直于这个投影面方向上的发散度。狭缝 S2 限制了入射光束在垂直于这个投影面方向上的宽度。用影线表示的试样,可以绕垂直于试样表面中心的 OO' 轴转动,并可以绕通过试样表面中心并垂直于衍射仪轴的 FF' 轴倾斜。用 ϕ 表示倾角, D 为探测器。图 1 所示的试样位置相当于 ϕ 等于 0° 。为保证近似平行聚焦的条件,在探测器前放了一个接收狭缝 S3。Schulz 反射法的 ϕ 角测量范围为 0° 到 85° ,推荐使用范围为 0° 到 70° 。

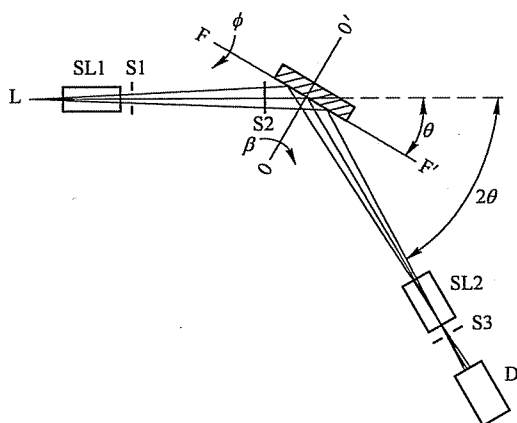


图 1 反射法几何原理图

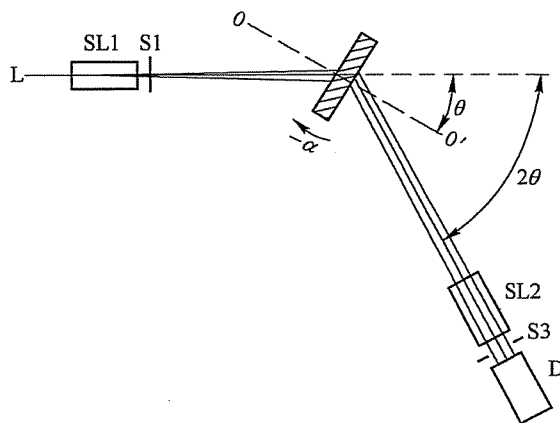


图 2 透射法几何原理图

3.5.1 试样绕 FF' 倾斜时,由 L 和 FF' 所确定的投影平面以上的试样表面衍射的 X 射线移向狭缝 S3 中心的左边,而该平面以下的试样表面衍射的 X 射线移向狭缝 S3 中心的右边。衍射 X 射线的位移等于 $2D \tan \phi \cos \theta$, 式中 D 是投影面以上或以下的试样表面上衍射 X 射线的点与投影面之间的距离。试样倾斜对积分衍射强度或总衍射强度仅有轻微的影响。在可能的情况下,接收狭缝 S3 要足够宽,以使检测试样在最大倾斜时衍射所产生的散焦线轮廓全部被接收。但是,要避免近邻衍射峰或其他散射线被接收造成干扰。在反射法测量中,为了避免衍射线过于发散,以及由于试样尺寸和接收狭缝宽度的限制,必须限制入射光束在竖直方向(图 1 中垂直于投影平面的方向)的尺寸。为此目的,通常是在试样附近约为 X 射线管焦点和试样中心之间距离的 1/6 处放一个 0.5mm 的水平狭缝 S2。必要时,将检测试样的衍射强度通过与相同或相似材料的无规取向标样的衍射强度进行比较做散焦校正。

3.6 Decker 等人的透射法几何原理表示在图 2 中。与反射法不同的是试样中不同点衍射的 X 射线发散,使相邻峰的分辨更困难。当试样做 α 转动时(图 2),会造成 X 射线在试样中的吸收变化。图 2 所示的试样位置相当于 α 等于 0° 。根据公式(3)对衍射 X 射线强度做吸收校正。表 1 中给出了在 μt 等于 1.0, 1.4, ……3.0 和 θ 等于 $5^\circ, 10^\circ, \dots 25^\circ$ 时,根据此公式计算的 I_α/I_0 值。在给定 μt 和 θ 后,也可以用这些数据来确定 α 的可用范围。例如,当 I_α/I_0 限制到不小于 0.5 时,得到图 3 中所示的一系列曲线。

$$\frac{I_\alpha}{I_0} = \left[\frac{\cos \theta}{\mu t} \exp(\mu t / \cos \theta) \right] \cdot \left[\frac{\cos(\alpha - \theta)}{\cos(\alpha - \theta) - \cos(\alpha + \theta)} \right] \cdot \left[\exp \frac{-\mu t}{\cos(\alpha - \theta)} - \exp \frac{-\mu t}{\cos(\alpha + \theta)} \right] \dots \dots \dots (3)$$

式中: θ ——Bragg 角;

μt ——线吸收系数厚度积;

α ——试样绕衍射仪轴的转角;

I_α ——在 α 角下测量的 X 射线衍射强度;

I_0 ——在 α 等于 0° 时测量的 X 射线衍射强度。