

# QJ

中华人民共和国航空航天工业部航天工业标准

QJ 2507-93

---

## 碳素材料微观结构参数 测试方法

1993-03-29 发布

1993-11-01 实施

---

中华人民共和国航空航天工业部 发布

## 碳素材料微观结构参数测试方法

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用 X 射线粉末衍射仪测定表征碳素材料石墨化程度的晶面间距、微晶厚度及宽度等微观结构参数的方法。

本标准适用于碳 / 碳复合材料及其他碳素材料的微观结构参数测定。

## 2 术语

2.1 晶面及晶面指数 (hk1): 通过点阵中若干结点的平面称为晶面。晶面用晶面指数 (hk1) 来表示, 晶面指数也称密勒指数。

2.2 晶面间距: 一族平行晶面中, 最邻近两个晶面间的距离。属于 (hk1) 族中两个最邻近晶面的间距用  $d_{hk1}$  表示。  $d_{004}$ 、 $d_{002}$  是 (004)、(002) 的晶面间距, 它们都是表征碳素材料 (004)、(002) 晶面石墨化程度的基本参数。  $d_{004}$  的 2 倍等于  $d_{002}$ 。

2.3 微晶厚度和微晶宽度: 是由 X 射线粉末衍射法测得的材料微晶尺寸,  $L_{c(002)}$  和  $L_{c(004)}$  用于表征碳素材料 (002) 晶面和 (004) 晶面在 C 轴方向的微晶厚度,  $L_{a(110)}$  用于表征碳素材料 (110) 晶面在 a 轴方向的微晶宽度。

2.4 半高宽: 由衍射曲线背景算起, 曲线高度 1/2 位置处的曲线宽度称半高宽, 用  $\beta$  表示, 按角度单位计。

## 3 方法原理

## 3.1 d 值的确定

当波长一定的 X 射线入射到晶体上, 晶体中相邻晶面产生衍射时, 晶面间距按布拉格公式计算, 见公式 1:

$$d = n\lambda / 2 \sin \theta \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $d$ —晶面间距, nm;

$\theta$ —布拉格角, ( $^{\circ}$ );

$\lambda$ —入射 X 射线波长, nm;

$n$ —正整数。

### 3.2 Lc 和 La 的确定

测出 (002)、(004) 晶面衍射曲线和 (110) 晶面衍射曲线的半高宽  $\beta$  值, 并分别代入公式 2、3, 即求得微晶厚度和宽度:

$$Lc_{(002)} \text{ 或 } (004) = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta} \times 57.3 \dots\dots\dots(2)$$

$$La_{(110)} = \frac{1.84\lambda}{\beta \cos \theta} \times 57.3 \dots\dots\dots(3)$$

式中: Lc—微晶厚度, nm;

La—微晶宽度, nm;

$\beta$ —半高宽, 以角度单位计;

57.3—常数, 以角度单位计;

$\theta$ 、 $\lambda$ 、 $n$  同公式 1。

## 4 仪器和制样工具

4.1 X 射线衍射仪: 需要时, 按 X 射线衍射仪说明书调节测角仪光路、零位和校正  $2\theta$  读数。

4.2 制样工具: 玛瑙研钵、剪刀、牛角勺、小型组锉、200 目 ( $76\mu\text{m}$ ) 和 325 目 ( $45\mu\text{m}$ ) 的标准筛。

## 5 试剂

5.1 浓度 5% 的阿拉伯胶水溶液。

5.2 无水乙醇、化学纯。

## 6 标样

采用纯度不低于 99.9% 的单晶硅粉末, 经玛瑙研钵研磨并通过 325 目标标准筛后, 作为标样。

## 7 试样制备

7.1 块状样品, 用乙醇棉球将待测样品表面擦干净, 用小型组锉将其锉成粉末, 并通过 200 目标标准筛。未通过的粗颗粒用玛瑙研钵研细, 至使全部通过。