



中华人民共和国国家标准

GB/T 17103—1997

金属材料定量极图的测定

Metal material—Quantitative
pole figure preparing method

1997-11-11 发布

1998-05-01 实施

国家技术监督局 发布

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。

中华人民共和国国家标准

金属材料定量极图的测定

GB/T 17103—1997

Metal material—Quantitative
pole figure preparing method

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反射数据衔接,即透射数据乘以系数 K_s , 见公式(1)。

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

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):

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

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 $00'$ 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° 。

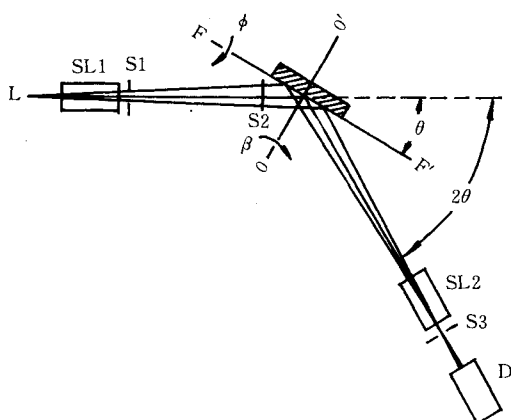


图 1 反射法几何原理图

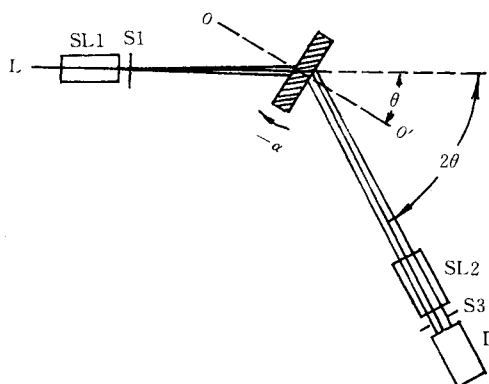


图 2 透射法几何原理图

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 射线管焦斑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;

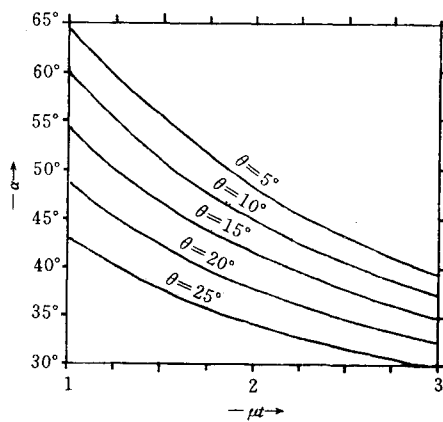
α ——试样绕衍射仪轴的转角;

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。

表 1 $(I_a/I_0) \times 1\,000$

θ	μt	$-\alpha$													
		5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70
5	1.0	992	984	976	966	954	939	918	890	851	796	703	617	480	313
	1.4	991	978	962	941	915	882	840	786	719	636	533	412	277	146
	1.8	989	972	948	917	878	828	768	695	608	508	395	276	162	070
	2.2	988	966	935	893	842	778	702	614	515	406	294	186	095	034
	2.6	986	960	922	871	807	731	643	544	436	326	219	126	057	017
	3.0	985	954	909	849	775	687	589	481	370	261	164	086	034	009
10	1.0	984	969	952	934	912	887	855	815	762	694	603	486	344	191
	1.4	983	962	938	908	873	831	779	716	640	548	440	320	198	094
	1.8	981	956	924	884	836	779	710	630	538	435	325	215	119	049
	2.2	980	950	911	861	801	730	649	556	455	348	242	147	074	027
	2.6	978	944	898	839	768	686	593	492	385	280	183	103	047	016
	3.0	977	938	885	817	737	644	543	436	328	226	139	073	030	009
15	1.0	976	952	927	900	868	832	789	735	668	583	477	349	209	085
	1.4	975	946	912	874	829	776	714	640	553	453	342	227	123	046
	1.8	973	939	898	850	792	725	648	560	462	358	252	155	078	027
	2.2	972	933	885	826	758	678	590	492	389	286	190	110	052	017
	2.6	970	927	872	804	725	636	538	435	331	232	146	080	036	011
	3.0	968	921	859	783	695	597	493	386	283	190	115	060	025	007
20	1.0	968	935	901	863	822	774	718	649	566	465	345	214	093	000
	1.4	966	928	885	836	781	717	643	557	460	354	243	140	058	000
	1.8	964	921	870	811	743	666	579	484	381	278	180	099	039	000
	2.2	963	915	857	788	709	621	525	424	321	224	139	074	028	000
	2.6	961	909	843	766	678	582	479	375	274	185	111	057	020	000
	3.0	960	903	831	746	650	547	440	335	238	155	090	044	015	000
25	1.0	959	917	872	824	771	710	639	555	455	339	214	096	000	
	1.4	957	909	856	796	728	651	565	468	362	253	151	065	000	
	1.8	955	902	840	770	690	602	505	402	298	200	115	048	000	
	2.2	953	895	826	746	657	560	456	352	253	164	092	038	000	
	2.6	952	889	812	724	627	523	417	314	219	139	076	031	000	
	3.0	950	883	800	705	601	493	384	283	194	121	065	025	000	

图 3 α 和 μt 的曲线, I_a/I_0 等于 0.5, θ 等于 $5^\circ, 10^\circ, \dots, 25^\circ$

3.7 从事此项实验,必须建立安全操作规程。防止高压触电和 X 射线伤害。

4 试验装置

4.1 X 射线源

本试验需要一束强度恒定的标识 X 射线。根据试样的化学成分不同,选择铬、铁、钴、镍、铜、钼或银的标识 K_{α} 辐射。所选辐射应使不同晶面的衍射 X 射线之间的 θ 角分得足够开,以保证检测峰的可分辨,并且测量结果不得受到荧光 X 射线的干扰。由于较低能量的辐射(Cr, Fe, Co, Ni, Cu)能够使不同晶面衍射的 X 射线的 θ 角度分得更开,一般适合于反射法测量使用。较高能量的辐射(Mo, Ag)穿透性较强,一般更适合于透射法测量使用。在反射法和透射法组合测量中采用同一 X 射线源并和透射法测量一样采用线焦斑。在反射法测量中,为获得更强的衍射线,推荐使用点焦斑。

4.2 狭缝

狭缝 S1 用来限制入射 X 射线束的水平(图 1 和图 2 中的投影平面中的)发散度,在入射和衍射光路中放入 Soller 狭缝限制竖直(图 1 和图 2 中垂直于投影面方向的)发散度。在反射法中,采用 S2 限制入射 X 射线束在竖直方向的宽度。适当选择狭缝 S1 和 S2 的尺寸,以期在反射法和透射法中,在试样表面分别得到一个与 FF' 轴重合和与衍射仪轴重合的线状入射束。在反射法测量采用点焦斑时,入射光路中以准直管取代狭缝 S1、S2 和 Soller 狭缝。在测量过程中(包括试样做平动),经狭缝或准直管限制后的入射 X 射线束始终全部照射在试样表面内。照射在试样表面的入射 X 射线束的尺寸应根据试样尺寸,试样的结晶学状态,试样平动的频率和幅度,计数时间等综合考虑,从而获得最佳测量效果。接收狭缝 S3 的选择原则是在测量过程中所检测的衍射峰全部被接收,并且无其他峰的强度被接收造成干扰。

4.3 试样架

4.3.1 反射法测量用的试样架最好采用 3.5 所描述和图 1 中示意表示的 Schulz 反射法几何原理。并希望在不改变试样取向的前提下,使试样在其本身的表面平面内平动,平动幅度可调。

4.3.2 透射法测量用的试样架最好采用 3.6 所描述和图 2 中示意表示的 Decker 等人的几何原理。并希望在不改变试样取向的前提下,使试样在其本身的表面平面内平动,平动的幅度可调。

4.3.3 也可以采用其他方法,如 Schulz 透射法,Field-Merchant 法(F-M 法)等。将它们与 Schulz 反射法,Decker 等人的透射法适当组合给出全极图。但是,它们有着各自的吸收和散焦校正公式,并且要选择适当的透射数据和反射数据的衔接区。

4.4 探测器

探测器应是能量分辨型的,例如闪烁计数器,正比计数器,或其他新型能量探测器。并且要与脉冲高度分析线路一起使用,以排除能量明显区别于所用标识 K_{α} 辐射的 X 射线。

4.5 数据采集

用计算机自动采集数据。

5 试样

5.1 反射法测量用的试样应有足够的厚度,使入射 X 射线穿透试样造成的强度损失可以忽略。如果入射强度 1% 的损失可以接受,则必须使 μt 不小于 $2.3 \sin \theta$ 。如果必须使用薄试样,则要依据衍射几何,试样的厚度和吸收系数做强度校正。

5.1.1 反射法测量用的试样,表面应平整光洁。表面过于粗糙会造成衍射 X 射线大的强度损失。(根据 Boric 的计算,在材料的吸收系数为 μ ,并且表面有凹凸距为 α 的锯齿时,若 $\mu\alpha$ 小于 0.5 时则可以避免大的强度损失。)必要时,通过机械抛光和化学腐蚀除去表面氧化层或应变层。

5.2 在 μt 等于 $\cos \theta$ 时得到最大衍射强度,这是透射法测量用试样厚度选择的主要参考。透射法测量用试样如能满足 5.1 的要求,则可同时用于反射法测量。

5.2.1 严格满足 5.2 的要求有时是很困难的,可以适当放宽。参考示例:用 MoK $_{\alpha}$ 辐射测铁试样,线吸

收系数是 303cm^{-1} , 透射试样最佳厚度大约是 0.03mm 。这样薄的试样很难制备, 实际应用的铁试样厚度约为 0.07mm 。

5.2.2 如果检测试样较厚, 则透射法测量用试样推荐采用如下的制备过程: 将较厚的切片通过机加工减小到尽可能小的厚度, 再经过化学腐蚀达到最终厚度。在减薄过程中, 试样不应该过热, 或受到塑性变形。腐蚀时要均匀减薄且不出现麻点。最终的试样表面可以“无光”, 但必须是平的且两个表面是平行的。

5.3 试样的尺寸以保证在整个测量过程中(包括做试样平动), 经狭缝限制后的入射 X 射线束始终全部照射在试样表面内为宜。对于圆形小试样, 必须保证试样和同样尺寸的标样始终全部沐浴在入射 X 射线束中。

5.4 5% 的统计偏差要求每个测量点应该有 400 个晶粒的衍射。对于重复因子为 6 的晶面的衍射和典型的接收狭缝, 对着一个 $4\pi/(2 \times 10^4)$ 数量级的立体角, 被检测表面必须包含 $400 \times 2 \times 10^4 / 6$ 即 10^6 数量级的晶粒数。如果被测量的表面是 1cm^2 , 理想的晶粒数尺寸应该是 YB/T 5148 的 10 级或是更细, 结构较强时, 6 级以上亦可。对于晶粒尺寸较大的试样或较小的狭缝, 可以通过平动和增加计数时间来达到上述要求。

5.5 如果需要, 可以通过理论计算, 或采用无规标样来获得无规强度。

5.5.1 可以将与检测试样相同或相似并满足 5.4 确定的晶体尺寸的粉末用不产生塑性变形的等静压并烧结的方法制备反射法用的无规标样。通过比较从三个相互垂直的面得到的衍射花样来检查无规取向。

6 测量步骤

6.1 安装织构附件。选择适合于检测试样的 X 射线管, 检测晶面, 实验方法(反射, 透射或反射和透射组合)。

6.2 根据设备说明书调整探测器, 放大器和脉冲高度分析器。

6.3 对检测试样做 2θ 扫描, 检查衍射峰分布及背底, 确定检测晶面的 2θ 角位置及狭缝 S3 的宽度。

6.4 选择适当的狭缝, 对织构附件进行调整, 使达到 4.2 的要求。

6.5 在给定的 X 射线管压下, 测量的衍射 X 射线强度若在探测系统的线性区内, 则将随 X 射线管流的增加而线性增加。在很高计数率时将发生线性偏离, 这是由于探测器的计数速率的限制, 或由于放大器和脉冲高度分析器线路的分辨时间不够造成计数损失引起的。在整个测量过程中, 必须保证被测 X 射线强度在线性区内。必要时, 非线性区的计数损失也可以通过实验进行修正。这种技术将不在这里描述。

6.6 如果必须测量试样的线吸收系数厚度积 μt , 则在试样架上放上另一个试样, 测量衍射 X 射线强度 I_1 。再在狭缝和试样架之间放检测试样, 使试样表面垂直于入射束, 测量衍射 X 射线强度 I_2 。线吸收系数厚度积 $\mu t = -\ln(I_2/I_1)$ 。取 3 次测量的平均值。

6.6.1 如果用无规标样的衍射数据来修正散焦值, 就需要选择一个与检测试样的线吸收系数厚度积 μt 相等的无规标样。这通常是将几层无规标样迭加, 插在狭缝和试样架之间测量衍射 X 射线强度, 直到这个强度与将检测试样放在同一位置所得到的衍射 X 射线强度相等, 从而得到所需厚度的无规标样。

6.7 如果反射法测量和透射法测量采用同一试样, 在改变测量方法时又必须重新安装试样。在试样易碎的情况下, 最好先做透射测量, 以防止从反射试样架上取下试样时, 试样损坏而无法做透射法测量。

6.7.1 可以用 Decker 的公式计算 (I_ϕ/I_0) 与 α 的关系, 也可以利用表 1 的数据内插, 从试样的线吸收系数厚度积 μt 、检测晶面的 Bragg 角和所选用的标识 X 射线画出 (I_ϕ/I_0) 与 α 的关系曲线。

6.7.2 对于反射法测量, 可以用无规标样从实验测定或通过计算画出类似的 (I_ϕ/I_0) 与 ϕ 的曲线。如果用实验方法测定 (I_α/I_0) 与 $-\alpha$ 或 (I_ϕ/I_0) 与 ϕ 的曲线, 必须测量衍射峰两边的背底强度。峰下的背底强度取峰两边背底强度的平均。在绘 (I_α/I_0) 与 $-\alpha$ 或 (I_ϕ/I_0) 与 ϕ 的曲线之前, 必须从峰强扣除背底强度。

6.7.3 将 $I_\phi/I_0 = I_\alpha/I_0$ 的 ϕ 或 $-\alpha$ 值, $(\phi + (-\alpha) = 90^\circ)$ 选做反射法测量和透射法测量极图的边界区域。图 4 中给出了用 MoK_α 辐射测量的 α -黄铜试样(μt 等于 2.36)的(200)反射的 I_ϕ/I_0 与 I_α/I_0 与 α 的曲

线。其中曲线 I_ϕ/I_0 与 $-\alpha$ 是按 Decker 等人的公式计算的。曲线 I_ϕ/I_0 与 ϕ 是采用一个无规铜标样从实验测定的。对这个试样,从 ϕ 等于 0° 到 60° (α 等于 -30° 到 -90°) 应使用 Schulz 反射法测量,而从 α 等于 0° 到 -30° (ϕ 等于 60° 到 90°) 应该用透射法测量。

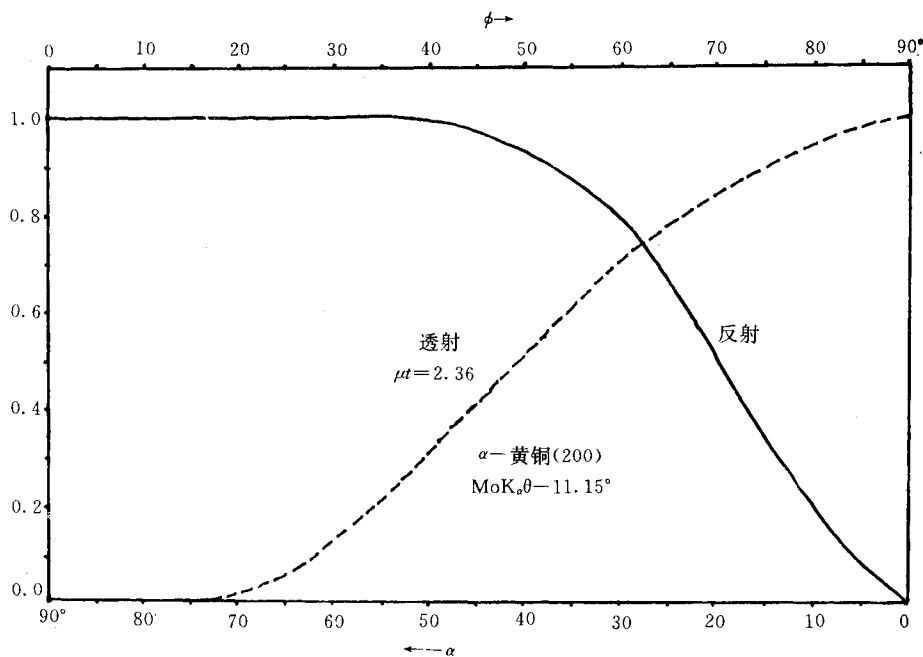


图4 (I_ϕ/I_0) 与 ϕ (实线) 和 (I_α/I_0) 与 $-\alpha$ (虚线) 的曲线

6.8 随纬度和经度变化用透射法测量衍射 X 射线强度。综合考虑测量精度和测量时间,在透射法测量中,随纬度和经度变化的测量步长以 5° 为宜。在不同 $-\alpha$ 角下在峰的两侧测量背底(必须没有其他峰的干扰)。从峰强扣除背底。

6.9 随纬度和经度变化用反射法测量衍射 X 射线强度。综合考虑测量精度和测量时间,在反射法测量中,随纬度和经度变化的测量步长以 5° 为宜。在不同 ϕ 角下测量背底(必须没有其他峰的干扰)。从峰强扣除背底。

6.10 推荐采用同心圆法测量极图。若能满足板对称要求,也可用组合试样法测量全极图。

6.11 如果用无规标样校正散焦,则在试样架上放上无规标样重复 6.9 条。

6.12 对透射数据校正吸收并对反射数据校正散焦。

6.13 用最小二乘法或其他方法将透射区与反射区数据进行衔接。

6.14 将数据归一化到一个平均单位值。

6.15 采用极射赤面投影法用计算机将归一化的数据绘制成极图。习惯上采用板面作为投影面。必须说明投影的性质。并在图中标明所测晶面的晶面指数,强度级和参考坐标。图 5 是用 MoK_α 辐射测定的 90% 变形的冷轧 $\text{Fe}_{58}\text{Ni}_{42}$ 合金 (111) 面的极射赤面投影极图。

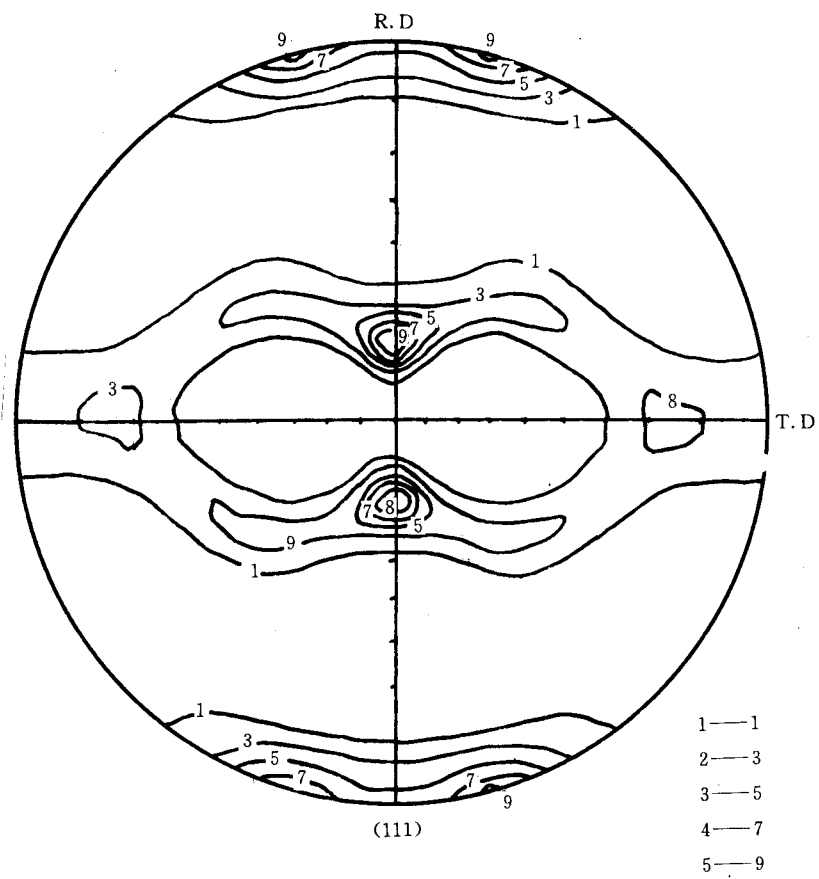


图 5 变形 90% 的冷轧 $\text{Fe}_{58}\text{Ni}_{42}$ 合金 (111) 面的极射赤面投影图

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
金属材料定量极图的测定
GB/T 17103—1997

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

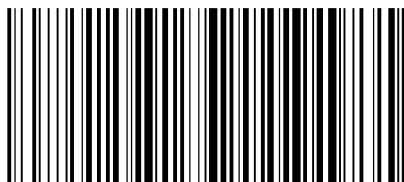
开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 16千字
1998年5月第一版 1998年5月第一次印刷
印数 1—1 500

*

书号: 155066·1-14795 定价10.00元

*

标 目 337—48



GB/T 17103—1997