



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 39137—2020

---

## 难熔金属单晶晶向测定方法

Determination for the orientation of refractory metal single crystal

2020-10-11 发布

2021-09-01 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准起草单位:西北有色金属研究院、西安汉唐分析检测有限公司、西安交通大学、广东省工业分析检测中心、中国原子能科学研究院、北京矿冶科技集团有限公司。

本标准主要起草人:刘竞艳、白新房、石科学、胡忠武、常璐、李来平、张晖、李扬、孙大翔、郑剑平、王振东、章德铭、王芦燕。



# 难熔金属单晶晶向测定方法

## 1 范围

本标准规定了 X 射线衍射法测定立方晶系难熔金属单晶晶向与宏观样品表面法向夹角的方法。  
本标准适用于立方晶系难熔金属单晶晶向与宏观样品表面法向夹角的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- JB/T 9400 X 射线衍射仪 技术条件
- JY/T 009 转靶多晶体 X 射线衍射方法通则

## 3 术语和定义



JY/T 009 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**$\varphi$  轴  $\varphi$  axis**

样品台绕样品表面法线旋转的轴。

### 3.2

**$\omega$  角  $\omega$  angle**

入射 X 射线与样品表面的夹角。

### 3.3

**$\omega$  扫描  $\omega$  scan**

连续改变  $\omega$  角并记录衍射强度的测量模式。

## 4 原理

单晶的横截面或切割表面与某一低指数结晶平面会有几度的偏离,该偏离角度即为单晶晶向与宏观样品表面的法向夹角(偏离角)。

当一束 X 射线射入该指数结晶平面上,在晶体中这一指数代表一组相互平行且等面间距的原子构成的平面,当相邻平面之间的光程差满足布拉格方程,就会产生衍射,此时入射 X 射线与该结晶平面的夹角被称为布拉格角,记为  $\theta_B$ 。利用计数器探测衍射线,根据其出现的位置即可确定该晶面的方向,并可以通过该方向与样品表面法向的方位关系,计算得到该晶面与横截面或切割表面的偏离量。

## 5 仪器设备

5.1 X 射线衍射仪由 X 射线源、平行光附件、样品台、探测器组成,应符合 JB/T 9400 的规定。

## GB/T 39137—2020

5.2 样品台在电机的驱动下可绕  $\varphi$  轴旋转,转速可调。转速应保证在测定过程中探测器位置改变一次,样品至少转动一周。

## 6 样品

**警示——**本标准所使用的强酸试剂具有腐蚀性,使用时应避免吸入或接触皮肤。如溅到身体上应立即用大量水冲洗,严重时应立即就医。

6.1 样品直径宜不大于 30 mm。切割后的样品应经过表面磨光处理,磨光处理后表面粗糙度  $Ra \leq 0.8 \mu\text{m}$ 。选择合适的腐蚀剂对样品表面进行腐蚀。推荐的腐蚀剂为硝酸( $\rho = 1.42 \text{ g/mL}$ )、氢氟酸( $\rho = 1.14 \text{ g/mL}$ )和水以(1+1+1)的体积相混合,腐蚀时间不超过 30 s。

6.2 应明确待测试难熔金属单晶样品的晶面指数。

## 7 试验步骤

7.1 将样品置于样品台上,应使样品待测表面与样品台面重合,使入射光束、衍射光束、基准面法线及探测器窗口在同一平面内。

7.2 依据所选晶面计算或查标准卡片确定被测晶面的布拉格角  $\theta_{\text{B}}$ 。

7.3 将 X 射线源固定在  $\theta_{\text{B}}$  角,探测器固定在  $2\theta_{\text{B}}$  角。

7.4 优化测量范围、测角仪步长及计数时间(或扫描速度),使样品沿  $\varphi$  轴匀速旋转。

7.5 样品转动的同时,保持 X 射线源和探测器相对位置不变,在  $\theta_{\text{B}}$  附近做  $\omega$  扫描,记录衍射强度,获得  $\omega$  扫描曲线,将所测定曲线保存。各参数按以下要求优化:

- a) 调整测量范围,使之覆盖衍射峰两侧记录到的全部背景基线;
- b) 调整测角仪步长,典型的  $\omega$  步长设置为  $0.02^\circ$ ;
- c) 选择计数时间使扫描中最强计数至少超过  $10^4$  个计数单位。

## 8 试验数据处理

8.1 查看所测定的  $\omega$  扫描曲线,如果只有一个衍射峰,如图 1 a)所示,则该单晶晶向与宏观样品表面法向夹角(偏离角) $\alpha = 0^\circ$ 。

8.2 如果所测定的  $\omega$  扫描曲线含有两个衍射峰,如图 1 b)所示,即一对衍射峰,则分别取左右两衍射峰的最强点位置  $\omega_1$ 、 $\omega_2$ ,按式(1)计算单晶晶向与宏观样品表面法向夹角(偏离角):

$$\alpha = \frac{\omega_2 - \omega_1}{2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\alpha$  ——单晶晶向与宏观样品表面法向夹角(偏离角),单位为度( $^\circ$ );

$\omega_2$  ——测定曲线中高角度衍射峰最强点位置,单位为度( $^\circ$ );

$\omega_1$  ——测定曲线中低角度衍射峰最强点位置,单位为度( $^\circ$ )。

计算结果表示到小数点后一位,数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

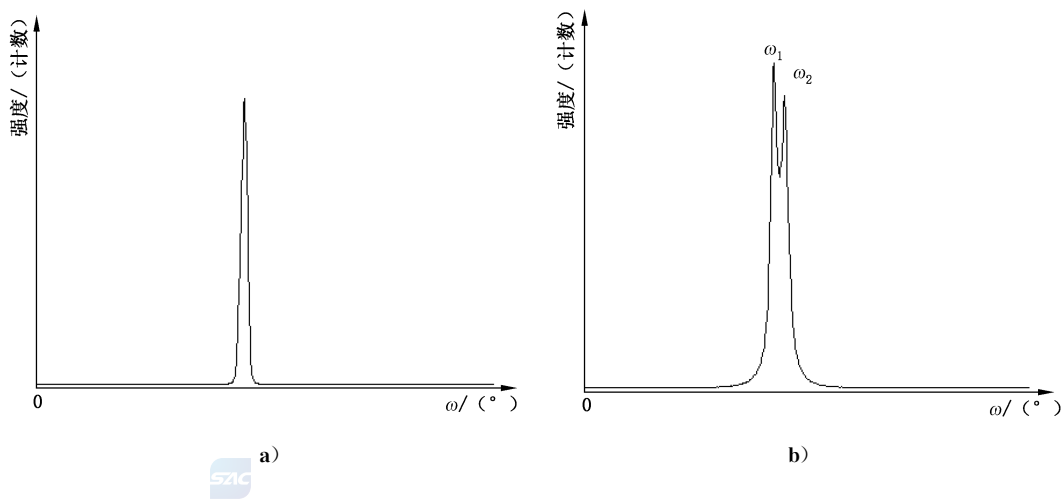


图 1 单晶  $\omega$  扫描曲线

9 试验报告

试验报告至少应包括下列内容：

- a) 试验对象；
- b) 本标准编号；
- c) 测试晶面指数；
- d) 结果；
- e) 观察到的异常现象；
- f) 试验日期。

\_\_\_\_\_